



#4




**REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL**  
**Ministério do Desenvolvimento, da Indústria e Comércio Exterior**  
**Instituto Nacional da Propriedade Industrial**  
**Diretoria de Patentes**

---

**CÓPIA OFICIAL**  
**PARA EFEITO DE REIVINDICAÇÃO DE PRIORIDADE**

O documento anexo, é a cópia fiel de um  
Pedido de Patente de Invenção  
Regularmente depositado no Instituto  
Nacional da Propriedade Industrial, sob  
Número PI 0106522-0 de 17/12/2001.

Rio de Janeiro, 21 de Março de 2002.

  
**GLORIA REGINA COSTA**  
Chefe do NUCAD  
Mat. 00449119

114 - DEINPI/SP

Protocolo 1700 15 2 5 005906

DEPÓSITO

Número (21)

# DEPÓSITO

Pedido de Patente ou de  
Certificado de Adição



PI0106522-0

depósito / /

Espaço reservado para etiqueta (número e data de depósito)

01  
EP

**Ao Instituto Nacional da Propriedade Industrial:**

O requerente solicita a concessão de uma patente na natureza e nas condições abaixo indicadas:

## 1. Depositante (71):

1.1 Nome: RESITEC INDÚSTRIA QUÍMICA LTDA

1.2 Qualificação: EMPRESA BRASILEIRA

1.3 CNPJ/CPF 30.381.107/0001-98

1.4 Endereço completo: Estrada Dona Tereza cristina, 816 Duque de Caxias RJ BRASIL

1.5 Telefone:

FAX :

☐ continua em folha anexa

## 2. Natureza:

☒ 2.1 Invenção

☐ 2.1.1 Certificado de Adição

☐ 2.2 Modelo de Utilidade

Escreva, obrigatoriamente e por extenso, a Natureza desejada: PATENTE DE INVENÇÃO

## 3. Título da Invenção, do Modelo de Utilidade ou do Certificado de Adição (54):

PROCESSO PARA SEPARAR PRODUTOS VALIOSOS INSAPONIFICÁVEIS OBTIDOS DE MATERIAS PRIMAS DIVERSAS

☐ continua em folha anexa

## 4. Pedido de Divisão do pedido nº.

, de / /

## 5. Prioridade Interna - O depositante reivindica a seguinte prioridade:

Nº de depósito

Data de Depósito / /

(66)

## 6. Prioridade - O depositante reivindica a(s) seguinte(s) prioridade(s):

País ou organização de origem	Número do depósito	Data do depósito
		/ /
		/ /
		/ /

☐ continua em folha anexa

**7. Inventor (72):**

( ) Assinale aqui se o(s) mesmo(s) requer(em) a não divulgação de seu(s) nome(s)  
(art. 6º § 4º da LPI e item 1.1 do Ato Normativo nº 127/97)

7.1 Nome: RODOLFO ROHR

7.2 Qualificação: ENGENHEIRO QUÍMICO

7.3 Endereço: Rua José Ferreira de Camargo, 210 Nova Campinas Campinas SP  
BRASIL

7.4 CEP:

7.5 Telefone

☐ continua em folha anexa

02

**8. Declaração na forma do item 3.2 do Ato Normativo nº 127/97:**

☐ em anexo

**9. Declaração de divulgação anterior não prejudicial (Período de graça):**  
(art. 12 da LPI e item 2 do ato Normativo nº 127/97:

☐ em anexo

**10. Procurador (74):**

10.1 Nome e CPF/CGC: TOLEDO CORRÊA MARCAS E PATENTES S/C LTDA

51.917.698/0001-45

10.2 Endereço R FERREIRA PENTEADO 709 3 ANDAR CAMPINAS SP

10.3 CEP: 13010041

10.4 Telefone 019-232-0244

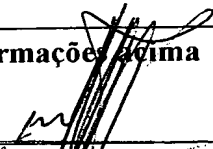
**11. Documentos anexados (assinale e indique também o número de folhas):**  
(Deverá ser indicado o nº total de somente uma das vias de cada documento)

X	11.1 Guia de recolhimento	1 fls.	X	11.5 Relatório descritivo	52 fls.
X	11.2 Procuração	1 fls.	X	11.6 Reivindicações	5 fls.
	11.3 Documentos de prioridade	0 fls.	X	11.7 Desenhos	1 fls.
	11.4 Doc. de contrato de trabalho	0 fls.	X	11.8 Resumo	1 fls.
	11.9 Outros (especificar):				0 fls.
	11.10 Total de folhas anexadas:				61 fls.

**12. Declaro, sob penas da Lei, que todas as informações acima prestadas são completas e verdadeiras**

CAMPINAS 17/12/2001

Local e Data

  
JOSE HENRIQUE TOLEDO CORRÊA  
CPF nº 929.082.128-00 - OAB-SP nº 99.989

R

**ANEXO DE INVENTORES**

**Título: PROCESSO PARA SEPARAR PRODUTOS VALIOSOS INSAPONIFI**      **EIS OBTIDOS DE**      **Página : 1**

---

Nome: RAUL ROHR

Qualificação: ENGENHEIRO QUÍMICO

Endereço: 21 Prairie Falcon Aliso Viejo, C. A, 92656      ESTADOS UNIDOS

Cep:      Telefone:

Nac: AMERICANA

Dt. Nasc.:      /      /

Cpf:

03

“PROCESSO PARA SEPARAR PRODUTOS VALIOSOS  
INSAPONIFICÁVEIS OBTIDOS DE MATERIAS PRIMAS DIVERSAS”.

06

Esta invenção se refere a um processo melhorado para a separação de substâncias insaponificáveis obtidas de matérias-primas diversas como resíduos e subprodutos de processos de produtos de origem animal e vegetal, sendo preferencialmente feito por meio de destilação/evaporação em alto vácuo. Entre as substâncias insaponificáveis produzidas, pelo processo, incluem-se vitaminas e provitaminas lipossolúveis, fatores de crescimento, hormônios animais e hormônios vegetais, assim como, outros produtos valiosos. Neste processo substâncias saponificáveis também podem ser isoladas através da hidrofilição dos resíduos obtidos da destilação/evaporação para produzir ácidos graxos e outros ácidos orgânicos de alta qualidade e/ou uma mistura dos mesmos.

A recuperação da fração de substâncias insaponificáveis de uma matéria-prima é de grande interesse comercial, devido ao fato de que, em muitos casos, os produtos valiosos têm propriedades benéficas como atividades vitamínicas, como por exemplo: tocoferóis (vitamina E), tocotrienóis, carotenoides, vitamina A, vitamina K, vitamina D; outros com propriedades redutoras do colesterol como por exemplo esteróis, tocotrienóis; outros com propriedades anticancerígenas como por exemplo tocotrienóis, esteróis, licopene, alfacaroteno; outro como substâncias usadas na biossíntese química, como por exemplo: esteróis para síntese de hormônio do crescimento humano, e síntese de vitamina D; e ainda outros produtos com propriedades nutricionais ou nutracéuticas. Também há interesse comercial especialmente em alguns produtos como esteróis que podem ser usados como emulsões estabilizadoras e/ou modificadores de viscosidade em fórmulas cosméticas. Componentes saponificáveis,

como ácidos graxos, também têm valor comercial e grande utilidade. Também, neste processo pode ser isolado colesterol como sendo uma substância insaponificável proveniente de uma matriz que vem de origem animal como os ácidos graxos, e também podem ser isolados ácidos de Breu de Tall Oil. 07

5 A maioria dos processos usados atualmente para separar e concentrar substâncias insaponificáveis obtidas de resíduos industriais e subprodutos dos processos de produtos animais e vegetais e/ou de outras matérias-primas, utiliza solventes e tira proveito da diferença da solubilidade entre as substâncias insaponificáveis e a matriz de sabão, utilizada no processo. Alguns desses processos usam a diferença de volatilidade  
10 entre os insaponificáveis voláteis e os ácidos graxos, o ácido de breu, dos sabões ácidos orgânicos de sódio ou o potássio para separar as substâncias componentes dos produtos por meio de um processo de destilação/evaporação em alto vácuo, porém de forma diferenciada do processo aqui apresentado.

Com Os solventes disponíveis no momento não é seletivamente possível e  
15 suficiente obter, através dos processos atuais, uma separação razoável entre as substâncias insaponificáveis e os ácidos graxos, os sabões ácidos de breu, e outros componentes insaponificáveis. Devido a isto, é frequentemente necessário usar mais de um solvente, que por sua vez complica e aumenta tremendamente o custo de recuperação e a reciclagem do mesmo. Estes solventes ou misturas solventes são  
20 específicos o que tornam esses processos muito caros. Além disso, os solventes ou as misturas de solvente são usadas em proporções muito grandes, quando comparadas às quantidades de material submetido para extração dos produtos, e além disso os solventes precisam de processos adicionais para a sua remoção dos resíduos e dos produtos reciclados ou reutilizados resultantes do processo de extração e de pre-concentração dos

produtos valiosos. As razões precedentes, fazem dos processos baseados em solventes, serem mais restritos, mais complicados, mais árduos e mais caros, resultando em um produto final muito escasso e caro.

08

No caso de separação através de destilação, a diferença entre o ponto de ebulição dos produtos voláteis, como os componentes insaponificáveis, e o ponto de ebulição dos sabões ácidos orgânicos de sódio e de potássio, são tão grandes que a separação destes em um nível alto de eficiência é apenas teoricamente possível. Porém, um problema relacionado a esta técnica de separação, é que os sabões têm um ponto de fusão muito alto, perto da temperatura de decomposição dos sabões de sódio ou de potássio, i.e, dos sais de sódio ou de potássio, ácidos graxos, ácidos de breu, etc., e, quando derretem ou fundem, estes sabões formam líquidos extremamente viscosos. Estes dois fatores combinados fazem com que a manipulação industrial seja difícil. Além disso, como a temperatura necessária para manter o fluxo destes é alta, estes sabões estão em permanente decomposição e desta forma prejudicam produção e a qualidade do produto final.

A Patente US 3,887,537, descreve um processo para recuperar ácidos graxos e ácidos de breu de Tall Oil, através de saponificação do Tall Oil com um hidróxido de metal

alcalino (hidróxido de sódio) na presença de um álcool de alquil (como butanol) para sabões e insaponificáveis. Alimentando a mistura em um evaporador de filme fino para evaporar e remover a matéria de baixo ponto de fusão inclusive os insaponificáveis leves, água e álcool. Subseqüentemente a fração restante é alimentada em um segundo evaporador de filme fino para remover o material insaponificável pesado inclusive os esteróis. Finalmente, a fração de sabão restante da segunda evaporação é

acidulada com um ácido mineral para obter ácidos graxos e ácidos de breu. Uma das dificuldades deste processo é que os sabões são de consistência muito viscosa e a manipulação destes sabões torna-se problemática.

09

O pedido WO-99/16785, descreve um método para separar material insaponificável de Tall Oil Pitch, ou óleo de breu (piche) através de saponificação do óleo, com uma mistura de hidróxido de sódio e hidróxido de potássio para formar sais de sódio e potássio de ácidos graxos e ácidos de breu, evaporando o material insaponificável que contém esteróis através de um evaporador de filme fino. A porção não evaporável do piche que contém sais de sódio e de potássio do material saponificável é acidulada para gerar breu e ácidos graxos. Também este método possui uma difícil manipulação do material dos sabões de potássio e/ou de sódio.

O pedido WO-99/42471, descreve um método para separar esteróis do Tall Oil Pitch, ou piche, através da saponificação do mesmo, com uma base de metal alcalino, que inclui hidróxido de sódio, hidróxido de potássio ou uma mistura dos mesmos, em seguida faz-se a neutralização do piche saponificado com um ácido, e posteriormente aquece-se o piche neutralizado para remover a água. O piche modificado, assim obtido, que contém esteróis livres é submetido a evaporação para remover resíduos leves e então a fração restante dessa evaporação, é evaporada em um evaporador a seco para produzir um destilado de fase leve que contém esteróis livres. Subseqüentemente esse destilado é dissolvido em um solvente contendo álcool, e então esteróis livres são cristalizados esfriando a solução. Uma desvantagem deste método é que o rendimento dos esteróis é bastante baixo.

A Patente US 4,151,160, descreve um processo para a separação de ácidos graxos dos componentes insaponificáveis contidos em uma fração principal de



Tall Oil, convertendo os ácidos graxos no seus sabões de zinco ou de chumbo, e removendo os componentes insaponificáveis através de destilação em vácuo. Subseqüentemente os sabões metálicos não voláteis, resultantes como resíduo da destilação são acidulados para produzir os ácidos graxos desejados. Componentes típicos do insaponificáveis de baixo ponto de fusão são álcoois de cadeias longas e produtos de degradação do breu, e estes produtos têm valor comercial secundário. O conteúdo de esteróis nas porções desse óleo de breu (Tall Oil) é muito baixo, aproximadamente abaixo de 1% do peso, então esse tipo de óleo não é uma fonte satisfatória para a produção de esteróis.

10           A Patente US. 4,483,791, descreve um processo para a recuperação de ácidos graxos de porções de Tall Oils convertendo os ácidos graxos contidos nesses óleos em uma mistura de sabão de magnésio e sabão de sódio, em vácuo, como produtos da reação. Finalmente os sabões são acidulados para produzir os ácidos graxos desejados.

15           O processo, descrito neste relatório de patente, vem resolver os problemas acima citados com Estado da Técnica, por separar os produtos valiosos visados, obtendo materiais insaponificáveis, de qualquer determinada matriz ou matéria prima que seja composta principalmente de substancias componentes saponificáveis e substancias componentes insaponificáveis. Isto é feito por métodos que incluem a conversão de  
20   sabões de sódio ou sabões de potássio obtidos da saponificação do material inicial em sabões metálicos que têm um ponto de fusão mais baixo, que quando fundem, possuem uma viscosidade bastante baixa facilitando a manipulação durante o processo de destilação/evaporação. Esses materiais podem ser convertidos diretamente para mais baixo ponto de fusão, e para sabões metálicos de mais baixa viscosidade sem atravessar a

fase de sal de sódio/potássio primeiro, como será discutido em mais detalhes a seguir. O processo também pode ser aplicado a outros ácidos graxos contidos nas matérias-primas que têm um conteúdo razoavelmente alto de "valiosos produtos", preferencialmente um conteúdo de pelo menos 1% do peso, mais preferencialmente pelo menos 3% por peso de valiosos produtos, especialmente esteróis.

As matérias-primas, i.e., os materiais iniciais que possuem substancias saponificáveis e materiais insaponificáveis, usados neste processo são; óleos animais ou vegetais e gorduras, subprodutos do processo dos mesmos animais ou subprodutos vegetais e resíduos industriais, produtos do desperdício de processos de produtos animais ou vegetais, ou resíduos dos produtos de papel e indústria de celulose. Nas matérias-primas preferidas incluem-se: Tall Oil contido do sabão do processo de madeira para produção de celulose (BLSS), Tall Oil Pitch, ou óleo de Breu, ou piche, outros óleos do processamento de celulose que contenham preferencialmente aproximadamente de 3 a 7% do peso de esteróis; óleo de piche (CTO) obtido da acidulação de sabão do mesmo contendo preferencialmente aproximadamente de 3 a 7% do peso de esteróis; Tall Oil, ou óleo de piche, obtido como resíduo da destilação do mesmo e contendo preferencialmente aproximadamente de 8 a 20% do peso de esteróis. Nestas matérias-primas a porção de insaponificáveis, ou produtos valiosos a serem separados incluem-se principalmente os esteróis. Como outras matérias-primas satisfatórias podem-se incluir: o óleo de cana-de-açúcar; resíduos da extração industrial, de degomagem, e refinados de óleos e de gorduras, como: lecitinas, restos de sabões de neutralização, destilados de deodorização e refinados físicos, resíduos de sabão "hot well", e resíduos de winterização; resíduos de destilação de ácidos graxos e ésteres (etil, metil, butil); destilados de deodorização de óleos vegetais, óleo de soja, óleo de farelo de trigo e de

arroz, óleo de tubarão cru, sebo de carne de boi, óleo de café, óleo de peixe, óleo  
bacalhau cru; óleos animais ou vegetais e gorduras ricas em materiais insaponificáveis,  
como: óleo de gérmen de trigo, óleo de milho, lubrificante de palma, lubrificante de  
andiroba, lubrificante de resíduos de tomate e outros resíduos.

12

5 Além disso, os métodos aqui propostos, podem ser utilizados como a base  
inicial para recuperar uma ou mais combinações de substâncias individuais que formam  
o material inicial definido como matriz, sempre que o produto ou produtos de interesse  
sejam substâncias componentes insaponificáveis e/ou substâncias componentes  
saponificáveis, porque as duas frações principais que compõem o material inicial, os  
10 componentes saponificáveis e os componentes insaponificáveis são ambos recuperados  
separadamente. Nas substâncias componentes insaponificáveis incluem-se, mas não de  
maneira limitada ou restrita os, tocoferóis, tocotrienóis, carotenoides, vitamina A,  
vitamina K, vitamina D, lipoproteínas, provitaminas, fatores de crescimento, flavonoides,  
esteróis, estilbenes, esqualanes, orizanois e licopene; e nas substâncias componentes  
15 saponificáveis incluem-se, mas não de maneira restrita ou limitada os, óleos melhorados,  
ácidos graxos, gorduras, ácidos de breu, e ésteres.

O processo aqui proposto têm grande utilidade nisso, já que pode ser  
usado para isolar uma grande variedade de valiosos produtos e uma grande abrangência  
materiais iniciais, ou matérias primas. Por exemplo, se o material inicial são sabões Tall  
20 Oil, então as frações de insaponificáveis incluirão as combinações seguintes: álcoois  
graxos e de cera inclusive álcool de cerol álcool de lignocerol, e álcool de behenil;  
diterpenes inclusive hidrocarboneto, álcool de resina, aldeídos de resina, e labadenes;  
esteroides inclusive o citoesterol, stigmastanol, campesterol, campestanol, cicloartenol,  
e 3,5-stigmastadien-7-one; triterpenes inclusive serratenediol, esqualene; e prenols;

estilbenes que incluem éter dimetil trans-pinosilvin. A fração saponificável do mesmo tipo do material inicial incluirá os seguintes componentes: ácidos de breu inclusive o ácido abietico, ácido dehidroabietico, ácido neoabietico, ácido isopimarico, ácido pimarico, e ácido paulstrico; e ainda ácidos graxos inclusive ácido oléico, ácido linoleico, ácido esteárico, e ácido palmítico.

Em incorporações preferidas, a fração de saponificável é recuperada como uma mistura de ácidos, depois de acidulação da fração de saponificável. No caso de sabão de Tall Oil ou Tall Oil cru (CTO) como sendo o material inicial, um produto resultante da porção saponificável é um Tall Oil cru melhorado e inclui uma mistura de breu e ácidos graxos. O valor ácido dessa melhora do CTO está no alcance de 170 a 180 e tem um muito baixo conteúdo de insaponificável, tão baixo quanto 3%. Como num processo de baixo rendimento, os ácidos graxos e de Breu podem ser separados por destilação fracionária convencional ou outros métodos satisfatórios. Se o material inicial é o piche ou Tall Oil Pitch e inclui uma mistura de um ou mais de ácidos graxos e de Breu, ácidos ésteres graxos e de Breu, ésteres de esterol, e materiais neutros, a fração de saponificáveis recuperada pelo uso do processo aqui proposto é então acidulada e pode ser destilado para resultar em uma mistura de ácidos graxos e de Breu, que caso contrário teriam-se perdido no piche. esse produto recuperado de Tall Oil, mostra-se ter um valor ácido tão alto quanto 180, com um conteúdo de ácidos de breu de 40%, e somente 1.2% insaponificáveis. Este é um resultado notável considerando que o Tall Oil pitch, ou óleo de piche pode ter um número ácido de 15 a 50. Os resultados obtidos são em parte dependentes na qualidade do Tall Oil cru (CTO) que será destilado, e também é dependente no equipamento de destilação das condições sob as quais a destilação acontece. Indiferentemente, o processo de acordo com as incorporações preferidas, aqui

16  
proposto, claramente mostra como estas incorporações ou aperfeiçoamentos podem ser usados para recuperar ácidos graxos e de Breu que podem-se perder nos processos de fracionamento, até então conhecidos. Além disso, nas incorporações preferidas, o processo recupera também os componentes insaponificáveis, principalmente esteróis que também estavam presentes no Tall Oil Pitch, ou óleo de piche.

Em relação à fração de insaponificáveis, no caso do exemplo de Tall Oil, o insaponificáveis podem ser divididos em três frações de insaponificável principais. A primeira fração é composta predominantemente de materiais de insaponificável mais leves incluindo, mas não limitando, os monoterpenes e os esquiterpenes. A segunda fração é feita predominantemente de leves e leves médios incluindo, mas não limitando, os diterpenes e os estilbenes. A terceira fração é feita predominantemente de esteróis incluindo, mas não limitando, o álcool de cera e os triterpenes.

Além das fontes mencionadas acima, há uma grande variedade de possíveis fontes de materiais iniciais, ou matérias primas, a serem usadas no processo, de acordo com as incorporações efetuadas, inclusive subprodutos ou produtos de desperdícios, que são o resultado dos processos de substancias animais ou produtos vegetais. Por exemplo, desperdícios do processamento de tomates, que podem incluir as peles, é um material inicial, ou matéria prima satisfatório que é uma fonte rica em licopene e outras combinações nutricionais importantes. Além disso, famílias de componentes e/ou componentes individuais podem ser isolados separadamente das duas frações separadas. No caso da fração saponificável diferenciada dos ácidos graxos e de breu, poderiam ser separados por destilação fracionária convencional ou outro processo de separação física ou química. No caso da fração pura de esteróis insaponificáveis, os mesmos podem ser isolados através de cristalização da mistura dos componentes insaponificáveis, que

podem estar presentes na fração de insaponificáveis, e também outros componentes podem ser isolados por outro método de separação químico ou físico.

15

A menos que se faça referência específica ou em contrário, todas as porcentagens citada neste relatório descritivo, são porcentagens através de peso.

5           Ao contrário do previsto nos processos já conhecidos para a separação e concentração de insaponificáveis, o processo, aqui descrito, não requer o uso de solventes para a separação da fração insaponificável da fração de saponificáveis. Uma limitação relevante nos processos baseados no uso de solventes é que os solventes disponíveis não são suficientemente efetivos para se obter uma separação eficiente entre

10 a fração insaponificável e a fração de saponificáveis. Como resultado disso, muitos processos de extração com solvente usam uma mistura de mais de um solvente, o que então faz da recuperação do solvente um processo complicado quando se tenta produzir o produto valioso, acima mencionado, degradando a qualidade e sem a economia requerida pelo mercado atual. Com isso, também seriam requeridas muitas fases de

15 extração e um solvente muito abrangente para alimentar a relação, bem como atuar em tudo que no processo de separação seja desejável.

Reconhecendo as dificuldades descritas acima, para os processos baseados em solventes, foram desenvolvidos processos sem o uso de solventes. Tais processos descrevem a destilação e/ou a evaporação dos componentes insaponificáveis dos

20 componentes saponificáveis e/ou na forma dos seus sabões de sódio ou de potássio. Teoricamente, a separação que pode ser alcançada entre os componentes insaponificáveis e os componentes saponificáveis que estão nos sabões de sódio/potássio ou na forma de sais, deveria ser difícil, porque os sabões de potássio de e/ou de sódio não são voláteis e os insaponificáveis são voláteis. Porém, na prática, tais métodos

falham, porque o ponto de fusão e a viscosidade dos sabões são extremamente altos, o que faz com que a separação atual do saponificável e do componentes insaponificável seja impraticável. Por exemplo, se utiliza-se um evaporador de filme cadente ou um evaporador de filme fino para evaporar água e componentes insaponificáveis leves (terpenes, estilbenes) de um sabão de sódio, num processo seco, os componentes mais leves saem do sabão e a viscosidade e o ponto de fusão aumentam. Como isso, resíduos de sabão acumula-se enormemente nas paredes do evaporador de forma que o sistema seco que esparrama o material inicial em um filme fino falhará eventualmente. Além disso, também bombeando tais materiais podem acontecer problemas naquele procedimento, que podem entupir com estes sabões que começam a se acumular nos dutos. Conseqüentemente a manipulação industrial de tais sabões de sódio/potássio é em grande parte dificultada.

Se evaporações adicionais ou destilações são requeridas, como quando os destilados visados são os componentes insaponificáveis médios e os pesados inclusive os esteróis e/ou qualquer outro produto valioso, encontrariam-se as mesmas ou semelhantes dificuldades operacionais como notadas acima. Tentativas para evitar estas dificuldades através uso de temperaturas muito altas causarão um rendimento mais baixos e uma qualidade mais baixa dos produtos e uma baixa eficiência de separação, nessas condições operacionais é muito difícil para extrair o esteróis da fração insaponificável e os ácidos graxos ou de breu na fração de saponificáveis por serem sensíveis ao calor. A alta temperatura de destilação também pode decompor os sabões sensíveis ao calor que causariam a destilação conjunta dos ácidos graxos e de breu junto com a fração de insaponificáveis e afetariam a eficiência de processo de separação severamente. Além disso, o material ácido que é o resultado da decomposição dos sabões de sódio/potássio

formariam ésteres com os álcoois presentes na fração de insaponificáveis e isso resulta em uma baixa recuperação de esterol no destilado.

17

Um dos modos pelos quais o processo proposto resolve os problemas acima mencionados no estado da Técnica está através do uso de viscosidade reduzida e

5 abaixa ponto de fusão dos sabões de metálicos, para os quais a manipulação industrial é possível durante um bombeamento, uma destilação, o descarregamento, etc. Isto pode ser feito transformando o alto ponto de fusão e a alta viscosidade dos sabões metálicos, que se formam na etapa de saponificação inicial ou por outro processo onde os sabões metálicos tenham um ponto de fusão reduzido, mais baixa viscosidade e estabilidade

10 térmica mais alta, através da troca de ions ou substituição nas quais um segundo metal que forma os sabão quem tenham as propriedades desejadas é substituído para um primeiro metal que forma o sabão que têm as propriedades que o fazem de difícil manuseio. A extensão da troca de metais no sabão é preferencialmente e substancialmente completa ou quase completa.

15 Os sabões metálicos com as melhoras nas propriedades também pode ser formados diretamente reagindo os componentes saponificáveis diretamente com bases que têm metais que formam sabões com as melhoras nas propriedades desejadas. Metais que formam sabões metálicos tendo propriedades desejáveis de ponto de fusão reduzido e baixa viscosidade podem ser a seguir descritos, mas não de forma limitada, o zinco, o

20 ferro, manganês, magnésio, cálcio e alumínio. Preferencialmente essas combinações são providas como sais (i.e. por compostos tendo um caráter de ligação geralmente iônico entre o metal e seu oponente), onde podem-se incluir, mas não limitar, os óxidos, sulfatos, hidróxidos, carbonatos e cloretos dos metais. Se o mais baixo ponto de fusão, a uma mais baixa viscosidade é formada diretamente do sabão ou através de troca, isto é



preferível que a maioria vasta dos metais do sabão (i.e. esses que são os oponentes do ácido) sejam esses os sabões que formam um baixo ponto de fusão e uma mais baixa viscosidade. Todavia, uma quantidade pequena, preferencialmente menor que sobra \_\_\_\_\_% de sabão de potássio de e/ou de sódio na mistura não parece afetar as propriedades do sabão negativamente.

Métodos que podem utilizar componentes tendo um ou mais metais onde o ponto de fusão do sabão metálico é reduzido, desses podem-se incluir, mas não limitar, o sabão de magnésio, sabão de zinco, sabão ferroso, sabão de manganês, sabão de cálcio, sabão de alumínio, sabão de potássio, e/ou uma mistura de um ou mais sabões metálicos, onde podem-se incluir, mas não limitar, o sabão de sódio-manganês-ferro, sabão de alumínio-magnésio-sódio, sabão de ferro-zinco-sódio, sabão de zinco-magnésio-potássio, sabão de zinco-sódio, sabão de magnésio-sódio, sabão de zinco-potássio, sabão de manganês-sódio, sabão de zinco-cálcio, etc.. Algumas misturas de sabões metálicos são preferidas em relação a outros dependendo do desempenho do sabão metálico a destilação, e também talvez pela viabilidade econômica do sabão que faz parte deste processo.

Também pode-se notar que um éster pode ser hidrolisado em seu componente ácido que é saponificável e seu componente alcoólico que é insaponificável. Então, o componente alcoólico de um éster pode ser recuperado nas frações insaponificáveis pelo presente processo. Essa diferença é importante já que dependendo em que condições foi usado para recuperar o material inicial, podem ser encontrados produtos de interesse na forma de éster. Por exemplo, esteróis em Tall Oil podem ser encontrados predominantemente na forma de éster. Adequadamente, em tais situações é preferível tratar o material inicial pela hidrolise do esterol-esters nos esteróis livres que

19

correspondem ao componente alcoólico do éster e que é insaponificável. O outro componente liberado do estero-ester é um componente ácido e que é saponificável. A hidrólise de ésteres podem ser levada a cabo sempre que ésteres estejam presentes em quantias significantes no e/ou o material inicial contenha uma combinação de interesse que é um dos componentes do estero-ester. Este pre-tratamento do material inicial resultará em quantias mais altas de componentes de insaponificáveis recuperadas e em quantias mais altas de ácidos, e de componentes saponificáveis recuperadas.

Uma vez o ponto fusão reduzido e uma mais baixa viscosidade do sabão metálico já preparado, requer-se a secagem para remover a água presente no sabão. Isto é especialmente preferido nos casos onde, depois da preparação do sabão, a quantidade de água presente no sabão é maior que aproximadamente 10%. Esta secagem pode ser efetuada com o uso de um aparato de destilação, aplicando calor preferencialmente com um aquecedor, para acelerar a evaporação natural, numa exposição de pressão reduzida ou vácuo, por centrifugação, por decantação, e qualquer outro método ou aparato presentemente conhecido ou posteriormente desenvolvido, o qual possa remover a água de um material com natureza semelhante a dos sabões.

Preparação e secagem são necessários para se obter um ponto de fusão reduzido e uma viscosidade mais baixas do sabão metálico para alimentar as unidades de destilação de alto vácuo. No aperfeiçoamento introduzido, a extração dos componentes insaponificáveis é dividida em múltiplas fases que são executadas consecutivamente, as quais podem servir e conferir benefícios ao processo. Por exemplo, uma variedade de valiosos produtos pode ser obtida na porção insaponificáveis de uma determinada matriz, separando os componentes insaponificáveis através da diferença de volatilidade, respectivamente entre eles, usando-se destilações múltiplas, assim produtos valiosos

diferentes podem ser isolados em destilados diferentes. Por exemplo, os estilbenes têm ponto de ebulição mais baixo que os esteróis, de tal forma que as frações mais leves serão mais ricas em estilbenes, enquanto que as frações mais pesadas serão mais ricas em esteróis. Semelhantemente, se os componentes mais leves são removidos consecutivamente, cada etapa de destilação subsequente pode operar eficazmente em um alto vácuo e a uma temperatura de destilação mais baixa, o que pode prover uma maior estabilidade do sabão metálico e pode permitir a recuperação de componentes insaponificáveis de maior qualidade. No caso dos esteróis, haverá menor degradação e oxidação do material no produto final e menos impurezas apareceram naquela cristalização, e com isso um processo escolhido para o isolamento final de esteróis, será mais fácil.

Adequadamente, o processo pode incluir uma, duas, três, ou até mesmo mais etapas de destilações dependendo de fatores que podem estar presentes no material inicial, o grau de separação dos produtos desejados, o grau de pureza dos produtos desejados, e/ou as propriedades ou a identidade dos produtos desejados, como pode-se notar acima. O equipamento utilizado para a destilação é preferencialmente um destilador de filme cadente, ou de filme fino, ou um equipamento de destilação molecular, embora também possam ser usados outros equipamentos e técnicas satisfatórias. Por exemplo, no caso de CTO ou sabão de Tall Oil sabão como o material inicial escolhido, um método preferido inclui três etapas de destilação: um primeiro resultando na remoção de umidade residual e componentes insaponificáveis mais leves; um segundo que resulta na remoção de componentes leves e médios leves de insaponificáveis; e um terço que extrai a fração restante dos componentes insaponificáveis, incluído principalmente de esteróis. Após uma determinada destilação,

destilações subseqüentes podem ser iniciadas com o destilado ou resíduo da destilação anterior, ou podem ser destilados separadamente mais adiante o resíduo e o destilado. Podem ser usadas tais destilações subseqüentes para promover uma melhora na qualidade e na pureza dos materiais. Finalmente, um destilado ou resíduo que contém

5 um material desejado ou produto valioso pode ser purificado mais adiante, através de outras técnicas, como: cromatografia, filtração, e cristalização. Podem ser usadas também outras substâncias químicas satisfatórias e técnicas físicas diferentes para obter purificação e isolar um componente de destilado ou resíduo, como os já conhecidos no Estado da Técnica. No aperfeiçoamento incluindo, uma etapa de cristalização final pode

10 render um produto final de esteróis a uma concentração (pureza) de 90 a 99%.

Como pode ser notado acima, o processo proposto inclui etapas múltiplas. Tais etapas são usadas em número variável que dependerá de vários fatores, incluindo, mas não limitando, as propriedades e identidades do material inicial e do produto visado ou desejado. As variações entre processos preferidos freqüentemente acontecem na

15 maioria das etapas que compreendem a preparação e a secagem sabão metálico, que forma o material de alimento para o primeiro passo de destilação, para redução da viscosidade e do ponto de fusão, (no qual leves e umidade residual são removidas), embora outras variações podem, ou serão feitas durante o processo.

Assim, tem-se vários processos por separar um ou mais produtos valiosos

20 de uma matéria prima. Embora a primeira etapa do processo começa com a formação dos sabões metálicos que têm um ponto de fusão reduzido, há várias caminhos para se adquirir àquele ponto. Para algumas matérias primas, é necessário executar um ou mais passos de pré-tratamento relativos a limpar o material para posterior utilização no processo. Tais métodos de limpeza incluem, mas não se limitam a enxaguar, lavar,

filtrar, e decantar. Por exemplo, BLSS proveniente de resíduos da indústria de papel tem materiais sólidos, que devem ser filtrados, e também podem ser beneficiados com uma lavagem com água para remover outros contaminantes.

22

Se um material contém ésteres de esterol, pode ser desejado efetuar a hidrolise dos ésteres de esterol antes de proceder com a obtenção do sabão de ponto de fusão reduzido. Esta hidrolise de pre-tratamento dos ésteres de esterol, podem ser feita por qualquer método convencional satisfatório que resulte na hidrolise dos mesmos. Aqui se dá preferência ao método que combina o material esterol-ester contendo água, hidrolisando os ésteres sob baixa pressão, preferencialmente sob \_\_\_\_\_ - atm de \_\_\_\_\_, e a uma temperatura elevada, preferencialmente acima de aproximadamente 225°C, inclusive podendo alcançar até cerca de 250-300°C. Outro método de hidrolise preferido é combinar o material contendo esterol-ester com uma base forte e inclui mas não limita o NaOH e o KOH, a uma temperatura elevada, preferencialmente acima de aproximadamente 80°C, inclusive alcançando cerca de 90-120°C, opcionalmente sob pressão e podendo ser agitado de forma constante. Este segundo método tem o benefício de hidrolisar e saponificar o material.

Se uma matéria-prima foi recebida em forma de sabão de sódio ou de potássio, ou se em uma etapa de pre-tratamento a mesma é convertida em um sabão de sódio ou de potássio (por exemplo hidrolise na presença de NaOH ou KOH), a mesma será convertida então em sabões metálicos que têm um ponto de fusão reduzido reagindo os sabões de sódio ou potássio com pelo menos um composto em forma de sabão metálico. Uma reação em condições satisfatória inclui uma temperatura alcançando de cerca de 100-200°C sob vácuo, embora também possam ser usadas outras condições. Dentre os compostos em forma de sabões metálicos preferidos incluem-se sais e bases de

23

zinc, ferro, manganês, magnésio, cálcio ou alumínio, preferencialmente os óxidos, sulfatos, hidróxidos, carbonatos e/ou cloretos de zinco, ferro, manganês, magnésio, alumínio e/ou de cálcio. Outras compostos metálicos como os que formam sabões de metais fluidos a temperaturas abaixo de 180°C também são satisfatório. Esta reação é levada a cabo através de dupla troca com os sais do metal, preferencialmente os sulfatos ou cloretos, transformando os sabões de sódio e de potássio em sabões metálicos com baixos pontos de fusão. A troca de metais pode ser parcial tal que no máximo resulte \_\_\_% de resíduo de sais de sódio ou potássio e incluindo \_\_\_\_\_ - \_\_\_% , onde ou pode estar completo ou substancialmente (i.e. menos de 10% de sais de sódio ou potássio) complete.

Se a porção saponificável da matéria-prima, utilizada diretamente ou depois de qualquer pre-tratamento, incluir ácidos de primários livres (ou uma quantia significativa de ácidos livres), há duas alternativas preferidas para que os sabões metálicos tenham um ponto de fusão reduzido. Uma opção é levar a cabo a reação diretamente, utilizando um ou mais sais metálicos mais apropriados, preferencialmente os óxidos, para reagir com o ácido graxo, ácido de breu, ou qualquer ácido orgânico contido no material para formar o sabão metálico tendo um ponto de fusão reduzido. Neste mesmo processo, pode ser convertida também qualquer combinação que já era saponificada em sabões metálicos. Uma segunda opção é reagir os ácidos primeiro com um composto de potássio ou de sódio, preferencialmente o KOH ou o NaOH, e então reagir os compostos saponificados com um ou mais sais metálicos apropriados para formar o sabão metálico tendo um ponto de fusão reduzido, como descreveu-se no parágrafo anterior. A saponificação inicial para fazer os sabões de potássio ou de sódio, efetuada por esta segunda opção descoberta, pode ser feito sob uma variedade de

condições. Condições satisfatórias que incluem uso de soluções ou bases de potássio ou de sódio, preferencialmente os hidróxidos respectivos aos mesmos, a concentrações em torno de 40-60% e a uma temperatura em torno de 65-120°C. Podem ser usadas outras temperaturas e concentrações, tendo em mente que o uso de soluções diluídas requerem

5 a previa remoção de quantias maiores de excesso de água em comparação as soluções mais concentradas. Também podem ser usadas bases líquidas ou sólidas, que podem ser especialmente úteis onde existe muita água na mistura que é saponificada.

Neste momento, a matéria-prima foi convertida em um material que contém um componente saponificável que inclui um sabão metálico com viscosidade e

10 um ponto de fusão reduzidos e um componente insaponificável. Secando o material é opcionalmente removem-se a água e/ou os insaponificáveis leves ou médio leves. Secando especialmente nos casos onde o conteúdo de água do material é alto, que é maior ou igual a \_\_\_\_%. A secagem pode ser executados por qualquer processo satisfatório para extrair água de um material semi-sólido ou viscoso, onde podem ser

15 incluídos, mas não limitados, as deposições em vácuo ou em pressão reduzida (ou com ou sem calor somado), rotoevaporação, destilação (preferencialmente em vácuo), decantação, e/ou uso de uma centrífuga. Mais de um método pode ser usado para trazer o material a um nível desejado de secagem. Em casos onde existe muita água, técnicas de grande porte como a centrifugação são uma escolha preferida e baseada na economia.

20 Um evaporador de filme fino também pode ser usados para a remoção de grandes quantidades de água, com condições fixas de trabalho satisfatórias que são a uma temperatura alcançando de cerca de 170-240°C e uma pressão alcançando cerca de 3-500 mbar. Em outros casos onde existe uma quantidade pequena de água, porque havia uma quantidade pequena de água na formação do sal metálico ou se o material tinha sido

seco em uma etapa anterior, a destilação em vácuo pode ser usada para remover a umidade restante e remover as mesmas frações de insaponificável leve. Uma das condições preferidas para remoção de umidade residual e compostos leves ou médio leves é a temperatura alcançar de cerca de 150-200°C e a pressão de cerca de 0.1-40 mbar.

Neste momento, tem-se um material de sabão metálico seco com ponto de fusão e viscosidade reduzidos. O próximo passo ou passos envolvem a separação do insaponificável e componentes saponificáveis (inicialmente de um de cada vez, mas opcionalmente depois por separação de frações diferentes dentro de uma determinada categoria de material) e é levado a cabo preferencialmente em um evaporador de alto vácuo ou em um equipamento de destilação. As condições de reação satisfatórias são a temperaturas alcançando cerca de 100°C a 350°C e pressões alcançando entre 5 mbar e  $1 \times 10^{-3}$  mbar. Esta destilação/evaporação pode ser executada em uma ou mais fases, de acordo com o grau desejado de concentração ou separação. A primeira destilação é executada praticamente somente para separar completamente o saponificável e os materiais insaponificáveis que podem ser processados, posteriormente e separadamente de acordo com o desejado. Porém, é possível levar a cabo mais de uma destilação na qual o material inicial contém quantidades razoáveis de material insaponificável e de material saponificável. Quando comparam-se essas destilações aqui apresentadas que são usadas para separar frações diferentes de materiais insaponificáveis, geralmente as destilações ocorrem a uma temperatura alta para uma determinada pressão.

Seguindo um ou mais processos de destilação/evaporação, os materiais separados podem ser processados posteriormente aumentando-se pureza, colocando-se os componentes em formas de combinações desejadas comercialmente, ou por outras



razões. Uma purificação adicional pode ser feita através de cristalização, cromatografia, ou outros processos conhecidos. Pode desejar usar uma solubilidade diferenciada e o uso de solventes até mesmo para separar ou purificar nesta fase. Uso de solventes nesta fase não é tão desvantajoso quanto pode ser em outras fases, como discutido previamente, por causa da quantidade menor de material e a maior simplicidade da mistura (menos componentes). No caso de materiais saponificáveis, a acidulação ou a acidificação, com um ácido inorgânico, pode ser feita para retornar todos ou alguns dos componentes para a sua forma de ácidos livres. Em seguida faz-se conversão para a forma de ácido livre dos materiais saponificáveis que usam posteriormente também podem ser processados por técnicas discutidas acima, dentre elas podem ser incluídas, mas não limitadas, a destilação para obter frações preferidas, cromatografia, e o semelhantes. Resíduos de destilação de Tall Oils, resíduos de estoques de sabões de neutralização, animal ou óleo vegetal e resíduos de deodorização graxos, e de óleos animais e vegetais que contêm insaponificáveis são fontes boas para processamento de tais resíduos baseados em ácidos.

Embora especificamente nesta descrição são mencionados evaporadores de filme fino, colunas de destilação moleculares, e evaporadores de curto alcance para o uso na destilação/evaporação de várias misturas, deveria ser notado que qualquer equipamento satisfatório ou conveniente pode ser usado para estas etapas. Também podem ser usados equipamentos em condições normais sem vácuo, mas são desfavoráveis, porque as temperaturas mais altas que os mesmos requerem, em virtude de operar a pressão ambiente, podem causar decomposição dos sabões. Também é reconhecido que a uma mais baixa pressão, o a uma mais baixa temperatura precisa-se destilar uma determinada fração. Adequadamente, os alcances preferidos declarados

nesta matéria, somente são diretrizes, e podem ser alteradas para se ajustar a outras necessidades, ligações, equipamentos e/ou semelhantes, de forma como adequado para ds habilidades de um técnico qualificado na arte.

27

Um aumento na fluidez e a do ponto de fusão de materiais muito viscosos, como o Tall Oil, também pode ser obtido misturando o material com outros resíduos insaponificáveis que têm mais baixa viscosidade, antes ou depois da saponificação. Nos resíduos de viscosidade mais baixa incluem-se estoques de sabões de neutralização de óleo vegetal, Tall Oil, sabão de bebida alcoólica preta e outros resíduos ou produtos que depois de formação do sabão, ficam fluidos a uma temperatura abaixo de 200°C.

A presença de glicerinas (di-ou triglicerinas) ou polímeros de sacarose também podem contribuir para diminuir o ponto de fusão e aumentar a fluidez de alguns materiais como o sabão de Tall Oil (resíduo de destilação de Tall Oil).

Deve ser notado que, embora as descrições abaixo cite o uso de hidróxidos de sódio como o material usado para a saponificação inicial, somente este material preferido e seu uso não deve ser tido como exclusivo ou que possa excluir o uso de outros materiais básicos fortes para este propósito. O uso de outras bases fortes em saponificação é contemplado presentemente. Hidróxido de sódio é um material preferido por várias razões que incluem seu baixo custo, disponibilidade alta, e propriedades químicas.

Semelhantemente, a revelação do uso de certas combinações químicas não devem ser tidos como exclusivos ou que possam excluir o uso de outras substâncias químicas que têm propriedades semelhantes. As condições apresentadas inclusive as temperaturas e as pressões, reativos e a forma de obtenção das concentrações, equipamentos, técnicas, e outros detalhes apresentados nesta descrição, são incluídos nas

descrições gerais e exemplos que aparecem abaixo em uma forma preferencial de condições, alcances, materiais, técnicas e equipamentos, sem que as mesmas sejam declaradas explicitamente em cada instância particular ou não. Podem ser substituídas por outras condições satisfatórias, materiais, equipamentos e técnicas novas ou já existentes por um técnico qualificado sem divergir do espírito da revelação.

Tall Oil cru como Material inicial.

Em geral as condições, de um processo preferido para remover os insaponificáveis de Tall Oil cru (CTO) procedem como descrito abaixo. Primeiro, o CTO é saponificado com NaOH, preferencialmente na forma de uma solução que tem uma concentração na ordem de cerca de 40%-50%, a uma temperatura de preferencialmente aproximadamente 70-105°C formando sabão-Na ou Sal-Na dos ácidos graxos e de breu presentes no CTO. O sabão- Na ou Sal-Na são então totalmente ou parcialmente reagidos com um ou mais sulfatos de metal, óxidos de metal, hidróxidos de metal, ou carbonato metálico que incluem, mas não limitam o sulfato de zinco ( $\text{ZnSO}_4$ ) e sulfato de magnésio ( $\text{MgSO}_4$ ), formando um sabão metálico de baixo ponto de fusão baixa viscosidade. O sabão metálico resultante geralmente tem um conteúdo de água de cerca de 40-50%. O sabão metálico é lavado então com mais água, e parte da água total será totalmente separado através de um processo de centrifugação. Devido à que a viscosidade do sabão sobe dramaticamente na remoção de água, o sabão metálico posteriormente centrifugado geralmente tem um conteúdo de água residual de cerca de 15-20%. O sabão metálico que contém aproximadamente 15-20% água, é alimentado então em um evaporador de -filme fino para secar o sabão metálico de forma que só níveis residuais de umidade permaneçam no sabão metálico. O evaporador de filme fino utilizado preferencialmente a uma temperatura de cerca de 180-230°C e a uma

pressão de cerca de 3-500 mBar. As condições exatas para usar o equipamento dependem do tipo de sabão metálico usado e podem ser determinadas revisando as propriedades do sal metálico ou através de experimentação rotineira. O sabão metálico seco está então pronto para o próximo passo.

5 Alternativamente, o produto citado no parágrafo acima pode ser obtido por um processo que inclui menos etapas. Primeiro, CTO é neutralizado diretamente com um óxido de metal ou hidróxido de metal ou uma combinação de ambos, em que pelo menos um ou mais dos metais utilizados como fontes provedoras de sabões e sais têm mais baixos pontos de fusão. Primeiro, uma mistura bem dispersada do CTO e o  
10 metal óxido e/ou metal hidróxido é feita, e então a mistura é colocada sob vácuo a uma temperatura de cerca de 105-200°C para a reação acontecer e durante um determinado tempo. O produto da reação é um sabão metálico substancialmente seco que está então pronto para o próximo passo.

O sabão metálico seco é alimentado em um evaporador de filme fino para  
15 remover componentes leves e médio leves e alguma ou toda a umidade residual. As condições operacionais utilizadas são preferencialmente uma temperatura de cerca de 150-200°C e uma pressão de cerca de 0.1-40 mbar. O rendimento do destilado geralmente está no alcance de cerca de 1-5% (material mais leve).

O sabão metálico sem leves (o resíduo da e destilação acima) é alimentado  
20 em uma coluna de destilação molecular ou evaporador de curto alcance que são basicamente o mesmo tipo de equipamentos, que tem nomes diferentes. Neste passo, o esteróis e o resto dos insaponificáveis são destilados. As condições operacionais utilizadas são preferencialmente uma temperatura de cerca de 240-300°C e uma pressão de cerca de 0.001-0.1 mbar. O rendimento do destilado geralmente está no alcance de

cerca de 7-15% (fração rica em esterol). O resíduo é o remanescente 85-93% do material inicial depois da separação dos destilados. O resíduo pode ser acidulado com um ácido mineral para render os ácidos graxos e de breu com baixo teor de insaponificáveis e o CTO melhorado é novamente destilado para render uma qualidade alta DTO o mesmo  
5 poderia ser fracionado para separar os ácidos graxos e de breu.

O destilado de sobra que contém os esteróis opcionalmente sofre uma purificação adicional. Esta purificação depende da qualidade do primeiro produto ou destilado conforme foi requerido. Uma opção para purificação adicional é ré-destilar o material do destilado, usando um evaporador de curto alcance. As condições usadas  
10 para o evaporador de curto alcance são uma temperatura de cerca de 110-160°C e uma pressão de cerca de 0.001-0.01 mbar, mas estas podem variar dependendo dos conteúdos atuais do destilado. O destilado fracionado do material ré-destilado geralmente tem rendimentos aproximadamente 15-30% e é rico em componentes ácidos e componentes insaponificáveis. A porção de resíduo do material ré-destilado  
15 geralmente tem um rendimento de cerca de 70-85% e é rico em esteróis, com concentrações que variam de 35-50% de esteróis.

Também podem ser usados outros métodos de separação e/ou purificação para a purificação opcional e podem ser incluídos outras técnicas de destilação e técnicas cromatográficas. Além disso, em casos onde o produto contém um conteúdo ácido mais  
20 alto que inibe o processo de cristalização, pode ser requerido que este produto seja neutralizado antes de proceder com o processo. O Número Ácido pode ser neutralizado com um óxido de metal e/ou um hidróxido de metal para formar um sabão metálico com um conteúdo muito alto de esteróis. Usando os mesmos princípios para a destilação de sabão metálico sem leves, descrevem-se imediatamente, onde material pode ser destilado

31

em um pequeno - evaporador no qual as condições operacionais utilizadas são preferencialmente uma temperatura de cerca de 240-300°C e uma pressão de cerca de 0.001-0.1 mbar. O destilado geralmente tem um rendimento de cerca de 80-90%, contendo aproximadamente 35-50% de esteróis e está em uma forma sofrer uma  
5 cristalização final, se desejou.

Assim, um produto de alta qualidade é obtido, se é no destilado original ou no resíduo da ré-distilação do destilado original, faz-se uma cristalização, como discutido em mais detalhes abaixo na Cristalização de seção de esteróis, pode ser executada para purificar os esteróis.

10 Lance de Tall Oil como Material inicial.

Em geral as condições, e processos preferidos para remover os insaponificáveis do Tall Oil procedem como descrito abaixo. Há vários possíveis métodos de se obter do Tall Oil um sabão metálico seco que é usado para as mais recentes etapas do processo. Embora cinco métodos são apresentados abaixo, deve ser  
15 entendido pelo técnico qualificado na arte, que pode-se misturar e pode-se emparelhar as etapas que aparecem abaixo, criando outras incorporações ou formas dos métodos aqui descritos.

O Tall Oil contém esteróis na forma de éster do mesmo; então é desejável a hidrolise de ambos os ésteres de esterol e saponificar o mesmo combinando-o com uma  
20 solução de 50% de NaOH a um temperatura no alcance de cerca de 95-115°C, preferencialmente baixo de constante agitação e pressão, por um período de tempo suficiente para os esteróis serem hidrolisados. Como resultado, a mistura contém ácidos graxos e de breu e/ou de sabão-Na e sais-Na dos mesmos e esteróis livres em forma alcoólica.

O sabão-Na ou Sal-Na são então totalmente ou parcialmente reagidos com um ou mais sulfatos metálicos, óxidos de metal, hidróxidos de metal, ou carbonato metálico, formando um baixo ponto de fusão e baixa viscosidade da mistura de sabão metálico (que pode ser chamado só de sabão metálico). O sabão metálico resultante

5 geralmente tem um conteúdo de água de cerca de 40-50%. O sabão metálico então é lavado com mais água e parte da água total será separada através do uso de um processo de centrifugação. Como a viscosidade do sabão sobe dramaticamente na remoção da água, o sabão metálico centrifugado geralmente tem um conteúdo de água residual de cerca de 15-20%. O sabão metálico que contém aproximadamente 15-20% água, é

10 alimentado então em um evaporador de filme fino para secar o sabão metálico de forma que só níveis residuais de umidade permaneçam no sabão metálico. O evaporador de filme fino é operado preferencialmente a uma temperatura de cerca de 180-230°C e uma pressão de cerca de 3-500 mBar. As condições exatas para usar o mesmo dependem do sabão metálico usado podem ser determinadas revisando as propriedades do sal do metal

15 ou através de experimentação rotineira. O sabão metálico seco está então pronto para o próximo passo.

O Tall Oil é combinado com uma solução de 50% de NaOH a temperaturas no alcance de cerca de 95-115°C em um segundo processo para se obter o sabão metálico seco, preferencialmente sob constante agitação e pressão, para um

20 período de tempo suficiente para que os esteróis sejam hidrolisados. Como resultado a mistura inclui ácidos graxos e de breu e/ou de sabão-Na e sais-Na dos mesmos e esteróis livres em forma alcoólica. Esta mistura pode ser acidulada com uma concentração leve de solução de ácido mineral rendendo uma mistura composta de ácidos graxos e de breu e esteróis livres.

A mistura acima, tem um número ácido no alcance de 90-100 e é neutralizado diretamente misturando-se com um ou mais sulfatos de metal, óxidos de metal, hidróxidos de metal, ou carbonato metálico, inclusive também combinações, e colocando-se a mistura para neutralização sob vácuo a uma temperatura de cerca de 105-200°C para a reação acontecer. O produto da reação é um sabão metálico substancialmente seco que está pronto para o próximo passo.

O Tall Oil é combinado com uma solução de 50% de NaOH a temperaturas no alcance de cerca de 95-115°C em um terceiro método para obter o sabão metálico seco, preferencialmente sob de constante agitação e pressão, para um período de tempo suficiente para os esteróis serem hidrolisados. Como resultado a mistura inclui ácidos graxos e de breu e/ou de sabão-Na e sais-Na dos mesmos e esteróis livres em forma alcoólica. Esta mistura pode ser acidulada com uma concentração leve de solução de ácido mineral para render uma mistura composta de ácidos de graxos e de breu e esteróis livres.

A mistura acima é alimentada destilador de curto alcance para destilar os ácidos graxos e de breu e a maioria dos insaponificáveis inclusive os esteróis livres. As condições para a destilação incluem uma temperatura preferencialmente de cerca de 270-320°C e uma pressão de cerca de 0.001 - 0.1 mbar. O rendimento do destilado geralmente está no alcance de cerca de 65-80% e preferencialmente contém todos os ácidos graxos e de breu substancialmente e esteróis livres. O rendimento do resíduo geralmente está no alcance de 20-35% e contém um material de dimerizado mais pesado que normalmente contribui muito à viscosidade alta de lance de Tall Oil. Com este mais pesado, material de dimerizado fora do modo, o destilado é neutralizado para formar o sabão metálico então.



31

O acima de material, tendo um número ácido preferencialmente no alcance de 90-100 é neutralizado diretamente misturando isto com um ou mais sulfates de metal, óxidos de metal, hidróxidos de metal, ou metal carbonato, inclusive thereof de combinações, e colocando a mistura de neutralização então debaixo de vácuo a uma temperatura de cerca de 105-200°C para reação para acontecer. O produto da reação é um sabão metálico substancialmente seco que está então pronto para o próximo passo.

ésteres de esteroide no lance de Tall Oil estão hidrolisado em uma vasilha de alto-pressão com água em temperaturas em um quarto método, de cerca de 250 - 280°C. A mistura resultante inclui esteróis em forma alcoólica e gorduroso / ácidos de breu.

10 A acima de mistura é alimentada então ainda em um curto alcance para destilar os ácidos graxos e de breu e a maioria do insaponificáveis inclusive os esteróis livres. As condições para a destilação incluem uma temperatura preferencialmente de cerca de 270-320°C e uma pressão de cerca de 0.001 - 0.1 mbar. O rendimento do destilado geralmente está no alcance de cerca de 65-80% e preferencialmente contém

15 todos os ácidos graxos e de breu substancialmente e esteróis livres. O rendimento do resíduo geralmente está no alcance de 20-35% e contém um material de dimerizado mais pesado que normalmente contribui muito à viscosidade alta de lance de Tall Oil. Com este mais pesado, material de dimerizado fora do modo, o destilado é neutralizado para formar o sabão metálico então.

20 O acima de material, tendo um número ácido preferencialmente no alcance de 90-100 é neutralizado diretamente misturando isto com um ou mais sulfates de metal, óxidos de metal, hidróxidos de metal, ou metal carbonato, inclusive thereof de combinações, e colocando a mistura de neutralização então debaixo de vácuo a uma temperatura de cerca de 105-200°C para reação para acontecer. O produto da reação é

35

um sabão metálico substancialmente seco que está então pronto para o próximo passo.

ésteres de esterol no lance de Tall Oil estão hidrolisado em uma vasilha de alto-pressão com água em temperaturas em um quinto método de obter um sabão metálico seco, de cerca de 250 - 280°C. A mistura resultante inclui esteróis em forma

5 alcoólica e gorduroso / ácidos de breu. Esta mistura pode ser então acidulado com uma baixa concentração de ácido mineral em solução.

O acima de material, tendo um número ácido preferencialmente no alcance de 90-100 é neutralizado diretamente misturando isto com um ou mais sulfates de metal, óxidos de metal, hidróxidos de metal, ou metal carbonato, inclusive thereof de

10 combinações, e colocando a mistura de neutralização então debaixo de vazio a uma temperatura de cerca de 105-200°C para reação para acontecer. O produto da reação é um sabão metálico substancialmente seco que está então pronto para o próximo passo.

Os cinco métodos de obter o sabão metálico seco de lance de Tall Oil discutiram acima, como também outros que usam métodos semelhantes, é processado

15 semelhantemente deste ponto em. O sabão metálico seco é alimentado em um evaporador de filme fino para remover leves e médio leves componentes e alguns ou todo a umidade residual. Condições operacionais utilizadas são preferencialmente uma temperatura de cerca de 150-200°C e uma pressão de cerca de 0.1-40 mbar. O rendimento de destilado geralmente está no alcance de cerca de 1-2%. Este rendimento é

20 mais baixo que o que é achado com CTO como um material começando porque há geralmente menos materiais mais claros no lance.

O sabão metálico sem leves (o resíduo da acima de destilação) é alimentado em uma coluna de destilação molecular ou evaporador de pequeno-caminho. Neste passo, são destilados o esteróis e outro insaponificáveis. Condições operacionais

utilizadas são preferencialmente uma temperatura de cerca de 240-300°C e uma pressão de cerca de 0.001-0.1 mbar. O rendimento de destilado geralmente está no alcance de cerca de 25-30%, aproximadamente 40-50% de que é esteróis. O permanecendo 70-75% do material partiu depois do destilados esteve separado é o resíduo. O resíduo

5 pode ser acidulado com um ácido mineral se render os ácidos graxos e de breu com baixo insaponificáveis que pode ser destilado para se render ácidos graxos e de breu de qualidade mais altos que estavam perdido durante o processo de-lançando de fracionamento Tall Oil novamente.

O destilado de sobre qual contém o esteróis opcionalmente sofre

10 purificação adicional. Mais adiante purificação que depende da qualidade do primeiro produto ou destilado pode ser requerida. Uma opção para purificação adicional é re-destilar o material do destilado, como usando um evaporador de pequeno-caminho. Condições usadas para o evaporador de curto alcance são uma temperatura de cerca de 110-160°C e uma pressão de cerca de 0.001-0.01 mbar, mas pode variar e pode

15 depender dos conteúdos atuais do destilado. O destilado fracionam (do material re-destilado) geralmente rendimentos aproximadamente 10-20% e é rico permanecendo componentes ácidos e componentes de insaponificável de acendedor. A porção de resíduo do material re-destilado geralmente tem um rendimento de cerca de 80-90%, aproximadamente 45-65% de que é esteróis.

20 Também podem ser usados outros separação e/ou purificação métodos para purificação opcional e podem ser incluídos outras técnicas de destilação e técnicas cromatográficas. Acidificação seguida por destilação, como é discutido acima com respeito a purificação opcional para CTO também pode ser feito em casos onde o produto contém um conteúdo ácido mais alto.

Uma vez um produto de qualidade alto é obtido, se é o destilado original ou o resíduo da ré-destilação do destilado original, uma cristalização, como discutiu em mais detalhe abaixo na Cristalização de seção de esteróis, pode ser executado para purificar o esteróis.

#### 5 Deodorizar Destilado de Soja (DDOS) como Começando Material

Em geral condições, processos preferidos por remover o insaponificáveis de DDOS procede como descreveu abaixo. Trabalhando com material Soja-derivado, como parte do insaponificáveis, deve ser considerada a presença de tocoferóis. Há vários possíveis métodos de obter do DDOS ao metal seco ensaboam que é usado para  
10 as mais recentes porções do processo. Embora três métodos são apresentados abaixo, será entendido aquele qualificado na arte pode misturar e pode emparelhar " os passos que aparecem abaixo criar outras incorporações dos métodos descobertos.

O destilado de deodorizar está saponificado com uma 50% solução de NaOH em uma temperatura no alcance em um primeiro método, de cerca de 70-105°C.  
15 O saponificação do DDOS resulta na formação de Na-sais de e/ou de Na-sabão dos ácidos graxos presente no material inicial e também o hidrolise de qualquer ésteres, inclusive ésteres de esterol. Isto resultará em um rendimento mais alto na recuperação de ácidos graxos e esteróis.

O Na-sabão ou Na-sal é então totalmente ou parcialmente reagido com um  
20 ou mais sulfates de metal, óxidos de metal, hidróxidos de metal, ou metal carbonato, formar um mais baixo ponto de fusão e mais baixa viscosidade metal sabão mistura (que pode estar chamado só sabão metálico). O sabão metálico resultante geralmente tem um conteúdo de água de cerca de 40-50%. O sabão metálico é lavado então com mais água e parte da água total está fora separado pelo uso de um processo de centrifugação.

39

Porque a viscosidade do sabão sobe dramaticamente em remoção de água, o sabão metálico centrifugação seguinte geralmente tem um conteúdo de água residual de cerca de 15-20%. O sabão metálico que contém aproximadamente 15-20% água, é alimentado então em um evaporador de filme fino para secar o sabão metálico de forma que níveis só residuais de umidade permaneça no sabão metálico. O evaporador de filme fino é corrido preferencialmente a uma temperatura de cerca de 180-230°C e uma pressão de cerca de 3-500 mBar. As condições exatas para usar dependem do sabão metálico atual usado em parte e podem ser determinadas revisando as propriedades do metal salgue ou através de experimentação rotineira. O sabão metálico seco está então pronto para o próximo passo.

O destilado de deodorizar está saponificado com uma 50% solução de NaOH em uma temperatura no alcance em um segundo método, de cerca de 70-105°C. O saponificação do DDOS resulta na formação de Na-sais de e/ou de Na-sabão dos ácidos graxos presente no material inicial e também o hidrólise de qualquer ésteres, inclusive ésteres de estero.

A acima de mistura é então preferencialmente acidulado com uma solução de ácido mineral que tem uma baixa concentração ácida para se render uma mistura que inclui ácidos graxos, esteróis livres, tocoferóis e outros componentes de insaponificável.

A acima de mistura que preferencialmente tem um número ácido no alcance de cerca de 90-100 é neutralizada diretamente com um óxido de metal ou hidróxido de metal ou uma combinação de ambos. Podem ser usadas outras bases de metal como bem. Os materiais são combinados primeiro bem e então preferencialmente a reação acontece a uma temperatura de cerca de 105 - 200°C debaixo de pressão reduzida. Um sabão metálico seco é formado assim que está pronto para o próximo

passo da reação.

Em um terceiro método de obter o sabão metálico seco, é destilado o DDOS, preferencialmente em um aparato de destilação molecular e a uma temperatura de cerca de 290-310°C e uma pressão de ao redor  $2.0 \times 10^{-2}$  mBAR. O DDOS é destilado como está para partir no resíduo o óleo neutro e polímeros que formam aproximadamente 30% do DDOS e é muito pesado ser destilado. O destilado desta destilação inclui uma mistura de ácidos graxos e materiais de insaponificável.

A acima de mistura que preferencialmente tem um número ácido no alcance de cerca de 95-120 é neutralizada diretamente com um óxido de metal ou hidróxido de metal ou uma combinação de ambos. Podem ser usadas outras bases de metal como bem. Os materiais são combinados primeiro bem e então preferencialmente a reação acontece a uma temperatura de cerca de 105 - 200°C debaixo de pressão reduzida. Um sabão metálico seco é formado assim que está pronto para o próximo passo da reação.

Os três métodos de obter o sabão metálico seco de DDOS discutiram acima, como também outros que usam métodos semelhantes, é processado semelhantemente deste ponto em. O sabão metálico seco é alimentado em um evaporador de filme fino para remover leves e médio leves componentes e alguns ou todo a umidade residual. Condições operacionais utilizadas são preferencialmente uma temperatura de cerca de 150-215°C e uma pressão de cerca de 0.1-40 mbar. O rendimento de destilado geralmente está no alcance de cerca de 3-7%.

O sabão metálico sem leves (o resíduo da acima de destilação) é alimentado em uma coluna de destilação molecular ou evaporador de pequeno-caminho. Neste passo, são destilados o esteróis, tocoferóis, e outro insaponificáveis. Condições

operacionais utilizadas são preferencialmente uma temperatura de cerca de 240-300°C e uma pressão de cerca de 0.001-0.1 mbar. O rendimento de destilado geralmente está no alcance de cerca de 25-30%, aproximadamente 40-50% de que é esteróis. O permanecendo 70-75% do material partiu depois do destilados esteve separado é o

5 resíduo. O resíduo pode ser acidulado com um ácido mineral se render os ácidos graxos com baixo insaponificáveis, os ácidos graxos melhorados que podem ser destilados novamente como por métodos conhecidos para a destilação de ácidos graxos, se render qualidade mais alta ácidos graxos com um valor Ácido na ordem de cerca de 200. Estes ácidos graxos são esses que estavam perdido no destilados de deodorizar.

10 O destilado de sobre qual contém o esteróis, tocoferóis, e outro insaponificáveis opcionalmente sofre purificação adicional e depende da qualidade do primeiro produto ou destilado. Também podem ser usados outros separação e/ou purificação métodos para purificação opcional e podem ser incluídos outras técnicas de destilação e técnicas cromatográficas. Uma opção para purificação adicional é ré-

15 destilar o material do destilado, como usando um evaporador de pequeno-caminho. Condições usadas para o evaporador de curto alcance são uma temperatura de cerca de 110-160°C e uma pressão de cerca de 0.001-0.01 mbar, mas pode variar e pode depender dos conteúdos atuais do destilado. O destilado fracionam (do material ré-

20 destilado) geralmente rendimentos aproximadamente 15-30% e é rico permanecendo componentes ácidos (por exemplo ácidos graxos), componentes de insaponificável mais claros, e pelo menos alguma parte do tocoferóis. A porção de resíduo do material ré-

destilado geralmente tem um rendimento de cerca de 70-85%, aproximadamente 25-35% de que é esteróis.

Uma vez um produto de qualidade alto é obtido, se é o destilado original

ou o resíduo da ré-destilação do destilado original, uma cristalização, como discutiu em mais detalhe abaixo na Cristalização de seção de esteróis, pode ser executado para purificar o esteróis. No caso de DDOS como começando material, a bebida alcoólica de mãe da cristalização é normalmente rica em tocoferóis.

#### 5 Sabão (BLSS) como Começando Material

Um material começando de nota é bebida alcoólica preta que desnata sabão (BLSS) que é o desnate resíduo de sabão do sulfato de Kraft em papel e processo de pulping. Os componentes de saponificável são principalmente graxos e ácidos de breu e os componentes de insaponificável incluem aproximadamente 4% esteróis, com a  
10 composição exata do depender material em vários fatores inclusive a fonte das árvores, Kraft processam condições, e o processo de recuperação de Tall Oil usou. Geralmente, os componentes de saponificável em BLSS estão na forma de sabões de sódio. Porque BLSS é essencialmente um produto desperdício ou subproduto, é frequentemente desejável pre-tratar o material, como filtrando e/ou lavando para remover impurezas não  
15 desejadas derivou dos moinhos de papel.

O BLSS é lavado com uma solução cáustica e molha, preferencialmente a uma temperatura de cerca de 65-75°C. O BLSS é filtrado separar qualquer partícula sólida, como pedaços de madeira, então ou qualquer outra impureza no material do desperdício do moinho de papel. O BLSS lavado é alimentado então em uma garrafa  
20 para separar isto da água suja do processo lavando.

O BLSS lavado é então totalmente ou parcialmente reagido com um ou mais sulfatos de metal, óxidos de metal, hidróxidos de metal, ou metal carbonato, ou outro metal funda, formar um mais baixo ponto de fusão e mais baixo sabão metálico de viscosidade. O sabão metálico resultante geralmente tem um conteúdo de água de cerca



42

de 40-50%. O sabão metálico é lavado então com mais água e parte da água total está fora separado, preferencialmente pelo uso de um processo de centrifugação. Porque a viscosidade do sabão sobe dramaticamente quando a água é removida, o material tem aproximadamente 15-20% água centrifugação seguinte. O sabão metálico que contém aproximadamente é alimentada 15-20% água então em um evaporador de filme fino para secar o sabão metálico de forma que níveis só residuais de umidade permaneça. O evaporador de filme fino é corrido preferencialmente a uma temperatura de cerca de 180-230°C e uma pressão de cerca de 3-500 mBar. As condições exatas para usar dependem do sabão metálico atual usado em parte e podem ser determinadas revisando as propriedades do metal salgue ou através de experimentação rotineira. O sabão metálico seco está então pronto para o próximo passo.

O sabão metálico seco é alimentado em um evaporador de filme fino para remover leves e médio leves componentes e alguns ou todo a umidade residual. Condições operacionais utilizadas são preferencialmente uma temperatura de cerca de 150-200°C e uma pressão de cerca de 0.1-40 mbar. O rendimento de destilado geralmente está no alcance de cerca de 1-5% (material mais claro).

O sabão metálico, agora substancialmente sem leves, é alimentado em uma coluna de destilação molecular ou evaporador de pequeno-caminho. Neste passo, o esteróis e o resto do insaponificáveis é destilado. Condições operacionais utilizadas são preferencialmente uma temperatura de cerca de 240-300°C e uma pressão de cerca de 0.001-0.1 mbar. O rendimento de destilado geralmente está no alcance de cerca de 7-15% e inclui o esterol fração rica. O resíduo, o permanecendo 85-93% do material partiu depois do destilados esteve separado, pode ser acidulado com um ácido mineral se render os ácidos graxos e de breu com baixo insaponificáveis e o CTO melhorado que

são destilados então novamente para se render uma qualidade alta DTO ou poderia ser fracionado para separar o gorduroso dos ácidos de breu.

O destilado de sobre qual contém o esteróis possa opcionalmente sofrer purificação adicional. Mais adiante purificação que depende da qualidade do primeiro produto ou destilado pode ser requerida. Uma opção para purificação adicional é ré-destilar o material do destilado, como usando um evaporador de pequeno-caminho. Condições usadas para o evaporador de curto alcance são uma temperatura de cerca de 110-160°C e uma pressão de cerca de 0.001-0.01 mbar, mas pode variar e pode depender dos conteúdos atuais do destilado. O destilado fracionam (do material ré-destilado) geralmente rendimentos aproximadamente 15-30% e é rico permanecendo componentes ácidos e componentes de insaponificável de acendedor. A porção de resíduo do material ré-destilado geralmente tem um rendimento de cerca de 70-85% e é rico em esteróis, com concentrações geralmente na ordem de 35-50% esteróis.

Também podem ser usados outros separação e/ou purificação métodos para a purificação opcional e podem ser incluídos outras técnicas de destilação e técnicas cromatográficas. Além disso, em casos onde o produto contém um conteúdo ácido mais alto que inibe o processo de cristalização isto pode ser desejado que o produto fosse neutralizado antes de proceder. O número ácido pode ser neutralizado com um e/ou de óxido de metal um hidróxido de metal para formar um sabão metálico com um conteúdo muito alto de esteróis. Usando os mesmos princípios para a destilação de sabão metálico sem leves descreveram imediatamente sobre, o material pode ser destilado em um pequeno - evaporador de caminho nos quais condições operacionais utilizaram são preferencialmente uma temperatura de cerca de 240-300°C e uma pressão de cerca de 0.001-0.1 mbar. O destilado geralmente tem um rendimento de cerca de 80-90%

(contendo aproximadamente 35-50% esteróis) e está em uma forma sofrer uma cristalização final, se desejou.

Uma vez um produto de qualidade alto é obtido, se é o destilado original ou o resíduo da ré-distilação do destilado original, uma cristalização, como discutiu em mais detalhe abaixo na Cristalização de seção de esteróis, pode ser executado para purificar o esteróis.

#### Cristalização de esteróis

Cristalização pode ser levada a cabo com qualquer solvente satisfatório e pode ser incluída, mas não limitou a álcool como etanol e metanol, hidrocarboneto como heptane e hexane, molhe, e outros solventes orgânicos como acetona. Também podem ser usadas misturas de um ou mais tais solventes. Em algum caso, misturas solventes são desfavorável devido aos custos mais altos associados com recuperação solvente que pode efetuar negativamente como um todo a economia do processo. Em alguns casos onde a economia do produto justifica o processo, como com produtos de grau farmacêuticos, uso de misturas solventes é mais possível. As temperaturas finais para cristalização podem ser aproximadamente 25-10°C dependendo de pureza e exigências de rendimento. Pureza final do esteróis pode ser, e é preferencialmente, no alcance de 85-98% puro.

Outras matérias-primas que têm animal ou origem vegetal que incluem insaponificável e componentes de saponificável também são escolhas boas por começar materiais para a aplicação dos métodos descobertos. Os métodos que envolvem esses materiais procedem em uma moda semelhante ao que já foi descrito, e pode ser desenvolvido usando experimentação rotineira por um artesão qualificado.

Em uma matriz onde os ácidos não são grátis no caso de animal engorda,

45  
nós enlatamos hidrolise o triglicerides (gordura que divide) em ácidos graxos e novamente nós teríamos uma matriz onde ácidos graxos e material de insaponificável estarão presentes. E o mesmo processo pode ser usado extrair e se concentrar o insaponificáveis que é o produto principal de interesse novamente. E ao fim nós teremos  
5 sempre sabões metálico sem material de insaponificável que em troca será acidulado para gerar ácidos de qualidade altos.

As tabelas que seguem têm o objetivo de clarificar o processo e os exemplos dados. Tabela 1 espetáculos os pontos de fusão do zinco, ferro e magnésio ensaboa, e as misturas do mesmo com sabão de sódio seco de produção celulosa de  
10 sabão (BLSS).

Como mostrado nos resultados apresentados em Tabela 1, a transformação de BLSS sabão de sódio em Zn, Mg, ou Fe ensaboa, diminuições o ponto de fusão, significativamente. A mistura de sódio ou potássio ensaboa com Zn, Mg, que Fe ensaboa, qualquer um formado por transformação parcial de sabões de sódio, ou pela  
15 mistura deles/delas, também diminuições o ponto de fusão.

Tabela 2 espetáculos as características do Tall Oil obtiveram de hidrolisado BLSS magnésio sabão resíduo depois de evaporação de caminho pequena (veja Exemplo 1), como comparou ao Tall Oil obtido de acidulação direto de BLSS.

Logo, alguns exemplos da separação de substâncias de insaponificável,  
20 contendo vitaminas lipossolúveis e provitaminas, fatores de crescimento, e hormônios vegetais de resíduos de animal industrializado e produtos vegetais. Em outro palavra, o processo de separação dos " valiosos produtos ", sem o uso de solventes obtido pelo processo presente, será descrito.

#### EXEMPLO 1:

46

5 Kg de bebida alcoólica preta sabão de sódio que desnata (BLSS) com 50% conteúdo de água, obteve do processo de produção celulosa, foi diluído com 50% água e foi transformado em sabão de magnésio com sulfato de magnésio, calculado com aproximadamente uma 30% margem de excesso. A transformação foi levada a cabo em um agitador e reator de aquecedor. Foi mantida temperatura de reação às 80-95°C. Quando a maioria do sabão de sódio é transformado em sabão de magnésio, a separação de fase acontece. Depois disso, a fase de água que contém um excesso de sódio e sulfato de magnésio de BLSS, estava separado do sabão de magnésio, através de decantação. Foi seco sabão de magnésio debaixo de pressão reduzida, a uma temperatura de 90-150° C, durante 40 minutos. O sabão seco foi filtrado então para remover material sólido depois de qual, era em resumo evaporado/destilado caminho evaporação piloto equipamento. O evaporador de piloto usaram, foram feitos de vidro e foram tidos 4.8 dm<sup>2</sup> de superfície de evaporação/destilação com uma temperatura variável de 25-350° C, e um agitador de arranhador superficial interno com uma rotação variável de 50-1000 rpm, e uma 6.5dm<sup>2</sup> superfície condensador interno com uma temperatura ajustável de 25-250° C. O equipamento também teve um sistema de alimentação com uns 0.1 - 5 l/h bomba ajustável e uma vasilha de alimentação com uma temperatura ajustável de 25-250° C. também foi equipado com uma dois fase sistema de vazio alto no qual o pre-vácuo é formado por uma bomba mecânica e o vazio final é obtido por uma bomba de difusão molecular onde a pressão absoluta pode ser ajustada de pressão atmosférica até 1x10<sup>-3</sup> mbar. A concentração de esteróis no sabão foi levada a cabo por várias fases de evaporação de caminho pequenas. A primeira evaporação foi levada a cabo a ao redor 280-300° C e alimenta fluxo foi mantido à 1 a 1.5 l/h, pressão de evaporação era 1x10<sup>-3</sup> mbar absoluto, foi mantida a temperatura do condensador interno a 70-80° C, e

42

alimentando temperatura a 150-170° C. Debaixo destas condições, rendimentos de 84% e 16%, para resíduo e destilou produto respectivamente, foi obtido. Praticamente tudo o esteróis no sabão, foi destilado e se concentrou no produto destilado, a concentração de qual era 0.9 e 20.3% para o resíduo e o produto destilado, respectivamente. O primeiro

5 produto destilado obtido foi ré-destilado a uma temperatura de 280° C e mantém os mesmos parâmetros no princípio como esses. Esta segunda destilação era respectivamente 1.6% e 14.4% para o resíduo e o produto destilado, em comparação ao material inicial. Nesta segunda destilação, o esteróis se concentraram no produto destilado. O resíduo e o produto destilado mostraram uma concentração de 1.6% e

10 22.4% respectivamente para esteróis. O produto destilado da segunda destilação foi posto por uma terceira destilação, a uma temperatura de 160° C. O objetivo da terceira destilação era remover a acidez e baixos componentes de ponto de ebulição. Com cumprimentos usou o material inicial, os últimos rendimentos para resíduo e destilou produto, durante o processo de destilação final, seja 8.4% e 6.0%. respectivamente.

15 Concentrações de esterol totais nestes frações eram 35.4% no resíduo e 4.23% no produto destilado. O aumento de esteróis no resíduo da terceira destilação era 8.9 vezes maior que no princípio, onde esteróis total eram 4%. O rendimento de recuperação de esterol total, nesta experiência, era 80%. Uma qualidade " extremamente boa que foi obtido óleo " alto depois do hidrólise ácido do resíduo da primeira destilação. Esta

20 melhoria na qualidade do " óleo " alto obtida, comparou a isso produzido por hidrólise direto de BLSS sabão de sódio, devido à remoção da maioria das substâncias neutras e insaponificáveis antes de hidrólise, em outro palavra, na destilação. Uma análise do Tall Oil obteve do hidrólise do resíduo levado da primeira destilação, é mostrado na tabela 2.

#### EXEMPLO 2:

5 Kg de feijão-soja óleo deodorizer destilado (DDOS) era usado, então saponificado debaixo de 2 Kg/cm<sup>2</sup> pressionam a uma temperatura de 120° C e usam 1.4 Kg de 50% solução de hidróxido de sódio durante 2 horas. Foi diluído próximo, de sódio sabão em 5 Kg de água depois de qual, foi transformado em sabão de magnésio reagindo com 30% calculou excesso magnésio sulfato solução. A transformação foi levada a cabo em um reator de agitador a uma temperatura de 90-95° C. Depois da reação, a fase de água foi removida do sabão de magnésio por meio de decantação. Logo o sabão foi seco debaixo de pressão reduzida a uma temperatura de 90-140° C. Depois de que o sabão seco foi filtrado e foi submetido a várias fases de evaporação de caminho pequena. O primeiro destilação/evaporação foi levado usar os mesmos parâmetros mencionados em Exemplo 1. Os rendimentos do resíduo e o produto destilado, levado do primeiro destilação/evaporação, era 63% e 37%, respectivamente. Tocoferóis e esteróis se concentram no produto destilado e os valores deles/delas eram 8.0% e 10.4%. No resíduo, foram achados tocoferóis e esteróis em concentrações de 0.4% e 1.37%, respectivamente. O primeiro produto destilado foi submetido a um segundo destilação/evaporação às 280°C para separar o sabão restante no primeiro produto destilado. Nesta segunda destilação, o resíduo e destilou rendimentos de produto eram 2.6% e 34.4%, quando comparou ao material inicial. Tocoferol total e concentrações de esterol, no produto destilado, eram 8.5% e 11.4%, respectivamente. As concentrações de tocoferóis e esteróis, no resíduo, eram respectivamente 0.38% e 0.24%. O segundo destilou produto estava uma vez mais redestilado nas 140°C e mantém todos os outros parâmetros de acordo com as condições apresentou em Exemplo 1. Nesta destilação, o resíduo e destilou rendimentos de produto eram respectivamente 21.6% e 12.8% comparados ao material inicial. Tocoferol e

concentrações de esterol no resíduo eram 13.0% e 17.9%, respectivamente. Por outro lado, tocoferol e concentrações de esterol, no produto destilado, eram respectivamente 0.93% e 0.50%. Isto representa um aumento de 4 vezes a quantia de tocoferol e 3.7 vezes isso de esterol, com uma recuperação de 87.8% e 80.5%, em relação ao material começando.

### EXEMPLO 3

5 Kg de lance de Tall Oil sofreu hidrólise com vapor de alto-pressão durante 2 horas. O lance de hidrolisado sofreu evaporação/destilação às 280°C. Resíduo e destilou rendimentos de produto eram 35% e 65%, respectivamente. O lance de hidrolisado destilou produto foi neutralizado, sem excesso, com uma suspensão de óxido de magnésio em água, às 95°C durante 3 horas. O sabão de magnésio foi seco debaixo de pressão reduzida e foi submetido a evaporação de caminho pequena a uma temperatura de 280° C. Resíduo e destilou rendimentos de produto eram respectivamente 37% e 63%. Se concentraram esteróis no produto destilado. A proporção de esteróis no resíduo e destilou produto seja respectivamente 0.8% e 39.5%. Isto representa um aumento de 3.9 vezes mais que na concentração do material inicial. A recuperação de esterol obtida nesta experiência era 79%.

### EXEMPLO 4

8 Kg de CTO (Tall Oil cru) estava pre-misturado com 1.04 Kg de ZnO em um liquidificador misturando industrial para prover uma mistura homogeneizada entre o CTO e o ZnO sólido que foram dispersados no CTO. Esta mistura forma uma pasta brancura, amarelada, esta característica indica que o ZnO não reagiu com o CTO contudo, mas está bem misturado dentro do CTO, ao término das reações o material é castanho, cor de caramelo.



49 50

Logo a mistura de sobre foi colocado dentro de um reator onde o ZnO dispersado reagiu com o CTO neutralizando o breu e ácidos graxos parcialmente ou totalmente, com uma temperatura de 1300 C e o reator operada debaixo de condições de vazio para remover a água gerada (Approx. 6%) pela reação de neutralização. Neste momento, foram somados 320 gramas de NaOH dissolvidos em 320 gramas de água aos conteúdos de reator e nós procedemos com a reação com uma temperatura de 160°C e com vazio. Tempo de reação total era meio - hora, produzindo um alimento produto material de misturas de Zn-Na-sabão (CTO + 13%ZnO + 4% NaOH).

Este produto era alimente então em um evaporador de filme enxugado para destilar leves. As condições usadas eram como segue: destilação temperatura 200°C; pressão de destilação 3 mBar; alimente temperatura 120°C; e condensador temperatura 60°C. O rendimento de destilado era aproximadamente 4% (fração clara, um pouco de umidade). O rendimento de resíduo era aproximadamente 96% (esterol- contendo fração que inclui aproximadamente 4.30% esteróis).

O resíduo foi alimentado então em uma coluna de destilação molecular em ordem destilar os materiais de insaponificável, inclusive o esteróis. As condições usadas eram como segue: destilação temperatura 270°C; pressão de destilação  $2.0 \times 10^{-2}$  mBar; alimente temperatura 140°C; e condensador temperatura 70°C. O rendimento de destilado era 10.3%, e a concentração de esterol de destilado era determine para ser 32.0%. Isto se rende uma recuperação de esterol de 76.30% do material de alimento inicial. O rendimento de resíduo era 89.7%. O resíduo era acidulado com ácido sulfúrico para formar a qualidade mais alta CTO com mais baixo conteúdo de insaponificável.

#### EXEMPLO 5

Nesse caso, este exemplo demonstra a pessoa preferiu método de extrair e

se concentrar tocoferol e esteróis de Soja deodorizer destilados subprodutos (DDOS). 50  
DDOS, geralmente inclui aproximadamente 35% Ácidos Graxos, aproximadamente 30%  
óleo neutro e polímeros, e aproximadamente 35% material de insaponificável, inclusive  
esteróis e tocoferóis.

5 O DDOS que usa um aparato de destilação molecular a uma temperatura  
de cerca de 300°C e uma pressão de cerca de  $2.0 \times 10^{-2}$  mBAR é destilado. O destilado  
é colecionado então e seu ácido esteime determinado, como por métodos conhecidos que  
usa calculam a quantia de ZnO então precisaram neutralizar os ácidos graxos para fazer  
sabão de Zn. A quantia calculada de ZnO é somada então e o sabão de Zn resultante é  
10 destilado em um evaporador de filme enxugado debaixo de condições semelhantes como  
porque o esterol processam em Exemplo 4, por meio de que as leves são removidas.

O resíduo é destilado então ainda em um curto alcance para separar o  
insaponificáveis, debaixo de condições semelhante a esses detalhados em Exemplo 4. O  
destilado contém aproximadamente 25% tocoferóis e aproximadamente 17% esteróis e  
15 alguns ácidos graxos.

O produto pode ser purificado mais adiante separando o esteróis do  
tocoferóis, ou qualquer ácido poderia ser neutralizado e o produto vendeu como um  
produto cosmético. Ultimamente, o resíduo da destilação é acidulado para produzir  
qualidade alta ácidos graxos.

## 20 EXEMPLO 6

20 Kg de lance de Tall Oil foi submetido a um hidrólise de pressão alto  
que usa água como um solvente em ordem para hydrolyze o ésteres de esterol em  
esteróis gráti e ácidos graxos e de breu. A reação foi levada a cabo em um autoclave de  
alto-pressão operado abaixo aproximadamente 30 kg de pressão e a uma temperatura de

130°C. O lance resultante, contendo agora aproximadamente 15% esteróis livres, estava pre-misturado com 1.5 Kg (aproximadamente 7.5%) de ZnO em um liquidificador misturando industrial para prover uma mistura homogeneizada entre o lance e o ZnO sólido que foram dispersados no lance para formar uma pasta brancura, amarelada que indica que o ZnO não teve contudo reagiu com o lance.

52

A mistura de sobre foi colocado então dentro de um reator e reagiu a uma temperatura de 1300°C tal que o ZnO dispersado neutralizou o breu e ácidos graxos do lance parcialmente ou totalmente. A reação foi executada com o reator debaixo de vazio (pressão reduzida) que permitiu remoção da água gerada pela reação de neutralização, approx. 6%. seguindo a reação, a mistura teve um castanho, cor de caramelo. Neste momento, 800 gramas de NaOH (aproximadamente 4%) dissolveu em 800 gramas de água foi somado aos conteúdos de reator e a mistura foi reagido a uma temperatura de 160°C debaixo de vazio. Tempo de reação total era aproximadamente 30 minutos, e produziu um alimento produto material que inclui uma mistura de zinco e sabões de sódio (Zn-Na ensaboam).

O sabão de Zn-Na foi alimentado então em um evaporador de filme enxugado para destilar leves. As condições usadas eram como segue: destilação temperatura 200°C; pressão de destilação 3 mBar; alimento temperatura 120°C; e condensador temperatura 60°C. O rendimento de destilado era 2% (fração clara, um pouco de umidade) e o rendimento de resíduo era 98%, esterol que contém fração sobre \_\_\_\_% concentração de esterol.

O resíduo foi alimentado então em uma coluna de destilação molecular em ordem destilar os materiais de insaponificável, inclusive o esteróis. As condições usadas eram como segue: destilação temperatura 270°C; pressão de destilação  $2.0 \times 10^{-2}$  mBar;

52  
alimento temperatura 140°C; e condensador temperatura 70°C. O rendimento de destilado era 30%, e a concentração de esterol de destilado era determine para ser 47%. Isto se rende uma recuperação de esterol de 85% do material de alimento inicial. O rendimento de resíduo era 70%. O resíduo era acidulado com ácido sulfúrico para recuperar os ácidos graxos e de breu restantes com mais baixo conteúdo de insaponificável. O destilado foi submetido a uma única cristalização com etanol para um temp final de 20°C purificar o esteróis para concentrações sobre 96% (rendimento de cristalização era 70%).

#### EXEMPLO 7

10                    20 Kg de lance de Tall Oil foi submetido a um hidrólise de pressão alto que usa água como um solvente em ordem para hydrolyze o ésteres de esterol em esteróis grátis e ácidos graxos e de breu. A reação foi levada a cabo em um autoclave de alto-pressão operado debaixo de 30 kg de pressão e a uma temperatura de 130°C. Hidrólise seguinte, o lance inclui esteróis grátis, ácidos graxos e de breu, e algum  
15                    dimerizado material mais pesado.

O lance de hidrolisado foi alimentado então em um evaporador de pequeno-caminho destilar os ácidos e insaponificáveis, inclusive o esteróis grátis, e deixar os materiais mais pesados no resíduo, se referiu nisto para como de-lançando o lance. As condições usadas eram como segue: destilação temperatura 290°C; pressão de  
20                    destilação  $2.0 \times 10^{-2}$  mBar; alimento temperatura 80°C; e condensador temperatura 70°C. O rendimento de destilado era 75%, e incluiu uma mistura de ácidos de breu, ácidos graxos, e insaponificáveis inclusive esteróis. O rendimento de resíduo era 25% e incluiu dimerizado residual materiais pesados.

O destilado resultante da acima de destilação estava pre-misturado com

1.5 Kg de ZnO (aproximadamente 7.5% )in um liquidificador misturando industrial para  
prover uma mistura homogeneizada entre o lance e o ZnO sólido que foram dispersados  
no lance. Esta mistura era uma pasta brancura, amarelada.

59

A mistura de sobre foi colocado então dentro de um reator e reagiu a uma  
5 temperatura de 1300°C tal que o ZnO dispersado neutralizou o breu e ácidos graxos do  
lance parcialmente ou totalmente. A reação foi executada com o reator debaixo de vazio  
(pressão reduzida) que permitiu remoção da água gerada pela reação de neutralização,  
approx. 6%. seguindo a reação, a mistura teve um castanho, cor de caramelo. Neste  
momento, 800 gramas de NaOH (aproximadamente 4%) dissolveu em 800 gramas de  
10 água foi somado aos conteúdos de reator e a mistura foi reagido a uma temperatura de  
160°C debaixo de vazio. Tempo de reação total era aproximadamente 30 minutos, e  
produziu um sabão de Zn-Na.

O sabão de Zn-Na foi alimentado então em um evaporador de filme  
enxugado em ordem destilar leves e remover umidade. As condições usadas eram como  
15 segue: destilação temperatura 215°C; pressão de destilação 20 mBar; alimento  
temperatura 150°C; e condensador temperatura 80°C. O rendimento de destilado era  
1.2% (fração clara, um pouco de umidade) e o rendimento de resíduo era 98.8% (esterol  
que contém fração sobre \_\_\_\_% concentração de esterol)

O resíduo foi alimentado então em uma coluna de destilação molecular em  
20 ordem destilar os materiais de insaponificável, inclusive o esteróis. As condições usadas  
eram como segue: destilação temperatura 270°C; pressão de destilação  $2.0 \times 10^{-2}$  mBar;  
alimento temperatura 150°C; e condensador temperatura 85°C. O rendimento de  
destilado era 28.6%, e a concentração de esterol de destilado era determine para ser  
51.36%. Isto se rende uma recuperação de esterol de 76.30% do material de alimento

inicial. O rendimento de resíduo era 71.4%. O destilado foi cristalizado com etanol a um temp final de 10°C para purificar o esteróis para concentrações sobre 95%. 55

O resíduo era acidulado com ácido sulfúrico para recuperar os ácidos graxos e de breu restantes com mais baixo conteúdo de insaponificável. O resíduo de acidulado foi destilado então para avançar melhora a qualidade dos ácidos graxos e de breu. As condições usadas eram como segue: destilação temperatura 240°C; pressão de destilação 3.0 mBar; alimento temperatura 85°C; e condensador temperatura 65°C. O destilado deste passo resultou em uma mistura de ácidos graxos e de breu que têm uma Gardner balança cor de 8, um valor ácido de 188.54 e incluindo 37.49% ácidos de breu e 1.88% neutrals.

#### EXEMPLO 8

20 Kg de lance de Tall Oil era saponificado com \_\_\_\_\_ Kg NaOH na presença de etanol e o acidulado de mistura de resultante com ml de ácido sulfúrico. A reação foi levada a cabo em uma 30 L reação vasilha que opera a pressão atmosférica e a uma temperatura de 130°C.

O produto formado acima foi alimentado então em um evaporador de pequeno-caminho destilar os ácidos e insaponificáveis, inclusive o esteróis gráti, e deixar os materiais mais pesados no resíduo (de-lançando o lance). As condições usadas eram como segue: destilação temperatura 290°C; pressão de destilação  $2.0 \times 10^{-2}$  mBar; alimento temperatura 80°C; e condensador temperatura 70°C. O rendimento de destilado era 75%, e incluiu uma mistura de ácidos de breu, ácidos graxos, e insaponificáveis inclusive esteróis. O rendimento de resíduo era 25% e incluiu dimerizado residual materiais pesados.

O destilado resultante da acima de destilação estava pre-misturado com

1.5 Kg de ZnO (aproximadamente 7.5% )in um liquidificador misturando industrial para  
prover uma mistura homogeneizada entre o lance e o ZnO sólido que foram dispersados  
no lance. Esta mistura era uma pasta brancura, amarelada.

56

A mistura de sobre foi colocado então dentro de um reator e reagiu a uma  
temperatura de 1300°C tal que o ZnO dispersado neutralizou o breu e ácidos graxos do  
lance parcialmente ou totalmente. A reação foi executada com o reator debaixo de vazio  
(pressão reduzida) que permitiu remoção da água gerada pela reação de neutralização,  
approx. 6%. seguindo a reação, a mistura teve um castanho, cor de caramelo. Neste  
momento, 800 gramas de NaOH (aproximadamente 4%) dissolveu em 800 gramas de  
água foi somado aos conteúdos de reator e a mistura foi reagido a uma temperatura de  
160°C debaixo de vazio. Tempo de reação total era aproximadamente 30 minutos, e  
produziu um sabão de Zn-Na.

O sabão de Zn-Na foi alimentado então em um evaporador de filme  
enxugado em ordem destilar leves e remover umidade. As condições usadas eram como  
segue: destilação temperatura 215°C; pressão de destilação 20 mBar; alimento  
temperatura 150°C; e condensador temperatura 80°C. O rendimento de destilado era  
1.2% (fração clara, um pouco de umidade) e o rendimento de resíduo era 98.8%  
(esterol-contendo fração).

Os exemplos detalhados sobre claramente espetáculo alguns dos modos de  
realizam, solidificam e fazem o processo viável, como também o rendimento e as  
vantagens deste processo que é o objetivo da patente presente e não só mostra sua  
importância obtendo " valiosos produtos ", mas também para o uso de materiais de  
resíduo descartados, e preservação conseqüentemente ambiental.

Assim, pelas características acima descritas de funcionamento, novidade, 5~~6~~  
versatilidade, industrialização e outros, o processo aqui apresentado o “PROCESSO  
PARA SEPARAR PRODUTOS VALIOSOS INSAPONIFICÁVEIS OBTIDOS DE  
MATERIAS PRIMAS DIVERSAS”, reveste-se de características para merecer .o

5 Privilégio de Patentes de Invenção.



## REIVINDICAÇÕES

58

1- "PROCESSO PARA SEPARAR PRODUTOS VALIOSOS  
INSAPONIFICÁVEIS OBTIDOS DE MATERIAS PRIMAS DIVERSAS",

*caracterizado por*, tratar-se de um processo para separar um produto valioso de uma

5 determinada matéria-prima; onde essa determinada matéria-prima contem uma ou mais  
substancias componentes insaponificáveis e uma ou mais substancias componentes

saponificáveis; onde uma ou mais de essas substancias de saponificáveis contem um ou

mais substancias componentes de ácidos livres e/ou sabões; de forma que reagindo as  
substancias componentes saponificáveis que contem um ou mais componentes de ácidos

10 livres sabões com uma substancia de sabão metálico obtém-se um primeiro produto

contendo sabões metálicos e um ou mais componentes de insaponificáveis; e em

seguida destilando a mistura de sabões metálicos e um ou mais componentes

insaponificáveis forma-se um destilado compreendendo pelo menos uma porção da

substancia componente insaponificável e um resíduo que contendo os sabões metálicos;

15 onde a matéria-prima utilizada é seleccionada do grupo em que consistem materiais

como óleos e gorduras animais e vegetais, resíduos de industrialização dos mesmos,

resíduos da industria de papel e celulose, da industria de bebidas alcoólicas, sabão

obtido do processamento da madeira para obtenção de celulose (tall oil, tall, oil black

liquor soap skimming), resíduos da destilação destes últimos, óleo de borra de cana-de-

20 açúcar, resíduos de extrações industriais, de degomagem, e óleos e gorduras refinadas,

resíduos de destilação de ácidos graxos e esteres, distilados de deodorização de óleos

vegetais, óleo de soja, óleo de farelo de trigo e de arroz, óleo de tubarão cru não

processado, sebo de carne de boi, óleo de café, óleo de peixe, óleo de bacalhau cru não

processado, óleo de germen de trigo, óleo de milho, óleos de palmeiras, óleos de

25 andiroba, e óleos de resíduos de tomate; onde o reagente componente de sabão metálico

é selecionado do grupo que consiste em óxidos, sulfatos, hidróxidos, carbonatos e cloretos de zinco, ferro, manganês, magnésio, cálcio e alumínio; e onde o produto valioso obtido é selecionado do grupo que consiste em provitaminas, fatores de crescimento, flavonoides, esteróis, lipoproteínas, estilbenes, vitaminas, álcoois graxos e de ceras, diterpenes, esteroides, triterpenes, estilbenes, ácidos gordurosos, e ácidos de breu, incluindo substâncias mais específicas como tocoferóis, tocotrienóis, carotenoides, vitamina A, vitamina K, vitamina D, esqualenes, orizanois, licopene, álcool de cerol, álcool de lignocerol, álcool de behenil, álcool de resina, aldeídos de resina, labdanes, citosterol, stigmastanol, campesterol, campestanol, cicloartenol, 3,5-stigmastadien-7-one, serratenediol, esqualene; prenois, trans-pinosilvin dimetil éter, ácido abietico, ácido dehidroabietico, ácido neoabietico, ácido isopimarico, ácido pimarico, ácido paulstrico, ácido oleico, ácido linoleico, ácido esteárico, e ácido palmitico.

## 2 - "PROCESSO PARA SEPRAR PRODUTOS VALIOSOS INSAPONIFICÁVEIS OBTIDOS DE MATERIAS PRIMAS DIVERSAS", de acordo

com a reivindicação 1, *caracterizado por*, ser um processo no qual reagindo a matéria-prima com uma base de sódio ou de potássio para saponificar componentes de ácidos livres saponificáveis obtêm-se uma mistura composta de substâncias componentes saponificadas e substâncias componentes insaponificáveis antes da reação para fazer o primeiro produto valioso; onde a base de sódio ou de potássio é selecionada do grupo que consiste em: hidróxidos de sódio e hidróxidos de potássio; onde estão presentes esteres hidrolisados na matéria-prima em exposição à reação com a base de sódio ou de potássio; onde adiciona-se um ácido mineral para pelo menos uma porção da substância componente saponificada para formar uma mistura acidulada antes da reação para obter o primeiro produto; e onde destilando a mistura acidulada produz-se um resíduo contendo um ou mais componentes não voláteis e um destilado contendo uma ou mais

substancias componentes insaponificaveis e uma ou mais substancias componentes saponificáveis antes da reação para fazer o primeiro produto.

69

3- "PROCESSO PARA SEPARAR PRODUTOS VALIOSOS INSAPONIFICÁVEIS OBTIDOS DE MATERIAS PRIMAS DIVERSAS", de acordo com reivindicação 1, *caracterizado por* ser um processo no qual destilando-se a matéria-prima produz-se um resíduo que contem uma ou mais substancias componentes não voláteis e um destilado contendo uma ou mais substancias componentes insaponificavel e uma ou mais substancias componentes saponificáveis antes da reação para fazer o primeiro produto valioso.

4 - "PROCESSO PARA SEPARAR PRODUTOS VALIOSOS INSAPONIFICÁVEIS OBTIDOS DE MATERIAS PRIMAS DIVERSAS", de acordo com reivindicação 1, *caracterizado por* ser um processo no qual hidrolisam-se esterres na matéria-prima para fazer uma matéria-prima contendo esterres hidrolisados antes da reação para fazer o primeiro produto valioso; onde a hidrólise é executada combinando-se a matéria-prima com água sob pressão a uma temperatura elevada; onde destilando a matéria-prima que contem esterres hidrolisados se produz um resíduo contendo uma ou mais substancias componentes não voláteis e um destilado que contem uma ou mais substancias componentes insaponificaveis e uma ou mais substancias componentes saponificáveis antes da reação para fazer o primeiro produto.

5 - "PROCESSO PARA SEPARAR PRODUTOS VALIOSOS INSAPONIFICÁVEIS OBTIDOS DE MATERIAS PRIMAS DIVERSAS", de acordo com reivindicação 1, *caracterizado por* ser um processo no qual trata-se a matéria-prima para remover impurezas e/ou substancias componentes não voláteis antes da reação para fazer o primeiro produto.

6 - "PROCESSO PARA SEPARAR PRODUTOS VALIOSOS

60  
INSAPONIFICÁVEIS OBTIDOS DE MATERIAS PRIMAS DIVERSAS", de acordo com reivindicação 1, *caracterizado por* ser um processo, em que o primeiro produto é substancialmente seco.

7 - "PROCESSO PARA SEPARAR PRODUTOS VALIOSOS  
5 INSAPONIFICÁVEIS OBTIDOS DE MATERIAS PRIMAS DIVERSAS", de acordo com reivindicação 1, *caracterizado por* ser um processo no qual trata-se o primeiro produto para remover a água antes da destilação para separar pelo menos uma porção do componente insaponificável dos sabões metálicos: onde a remoção de água é efetuada por evaporação de filme fino, decantação e/ou centrifugação.

10 8 - "PROCESSO PARA SEPARAR PRODUTOS VALIOSOS  
INSAPONIFICÁVEIS OBTIDOS DE MATERIAS PRIMAS DIVERSAS, de acordo com reivindicação 1, *caracterizado por* ser um processo no qual destila-se ou evapora-se uma ou mais substancias componentes seleccionadas do grupo que consistem substancias extra leves, leves ou voláteis, voláteis médias e água do primeiro produto  
15 antes da destilação para separar pelo menos uma porção das substancias componentes insaponificáveis dos sabões metálicos.

9 - "PROCESSO PARA SEPARAR PRODUTOS VALIOSOS  
INSAPONIFICÁVEIS OBTIDOS DE MATERIAS PRIMAS DIVERSAS", de acordo com reivindicação 1, *caracterizado por* ser um processo no qual submete-se o destilado  
20 que compreende pelo menos uma porção componente insaponificável a uma destilação subsequente para formar um segundo destilado e um segundo resíduo, em seguida purificando, depurando e/ou separando-se os componentes insaponificáveis; onde cristalizam-se esteróis provenientes do segundo destilado.

10 - "PROCESSO PARA SEPARAR PRODUTOS VALIOSOS  
25 INSAPONIFICÁVEIS OBTIDOS DE MATERIAS PRIMAS DIVERSAS", de acordo

com reivindicação 1, *caracterizado por* ser um processo no qual acidula-se o resíduo contendo o sabão metálico para formar os ácidos livres correspondentes aos mesmos; onde inclui-se a destilação desses ácidos livres.

62

Table 1

% Zn Soap (from BLSS)	% Na Soap (from BLSS)	Melting Point (° C)
0	100	230
28	72	170
44	56	128
61	39	96
100	0	81
% Fe Soap (from BLSS)	% Na Soap (from BLSS)	Melting Point (° C)
0	100	230
28	72	171
44	56	140
61	39	120
100	0	60
% Mg Soap (from BLSS)	% Na Soap (from BLSS)	Melting Point (° C)
0	100	230
28	72	170
44	56	140
61	39	115
100	0	95

Table 2

	Tall Oil	
	Direct acidulation	From Mg Soap residue
Acid value, MgKOH/g	145.0	178.0
Saponification value, MgKOH/g	155.0	182.0
Unsaponifiables (%)	16.0	3.3
Neutrals (%)	17.0	3.9
Rosin acids (%)	39.0	36.8
Fatty acid composition (by gas chromatography)	%	%
Palmitic acid	5.2	4.8
Stearic acid	2.0	1.3
Oleic acid	28.0	26.4
Linoleic acid	22.0	19.2
Abietic acid	17.3	15.2
Dehydroabietic acid	5.0	8.4

## RESUMO

64

“PROCESSO PARA SEPARAR PRODUTOS VALIOSOS  
INSAPONIFICÁVEIS OBTIDOS DE MATERIAS PRIMAS DIVERSAS”. Processo

para separar valiosos produtos, inclusive materiais insaponificáveis, de qualquer

5 determinada matriz ou matérias primas que estão principalmente compostas de  
substâncias componentes saponificáveis e substâncias componentes insaponificáveis.

Métodos preferidos incluem a conversão de sabões de sódio ou sabões de potássio

obtidos da saponificação de um material inicial em sabões metálicos que têm um baixo

ponto de fusão, e quando derretem, tem uma viscosidade suficientemente baixa para

10 habilitar processamento dos mesmos através de processos de destilação/evaporação.

Onde as matérias-primas preferidas incluem produtos animais ou vegetais, como também

subprodutos, resíduos, e produtos de desperdício de processos de produtos animais ou

vegetais, como de processos de comida, processos celulósicos e/ou semelhantes. Alguns

dos valiosos produtos que podem ser obtidos pelo processo aqui descrito incluem

15 esteróis, vitaminas, flavonoides, tocoferóis e outros.

KAD



Campinas, 16 de maio de 2002.

**RESITEC Indústria Química.**

**A/C Raul Rohr**

TAKE to U.S  
KMOB

**REF.: Cópia oficial do pedido de patente BR/PI 0106522-0 de 17/12/2001**

Esta copia oficial original deverá ser apresentada em USA como prova da prioridade unionista brasileira no ato (ou no prazo) de apresentação do pedido naquele país, para legalizar essa prioridade.

Qualquer dúvida favor entrar em contato.

Alba R. L. Parada.

API-INPI-00765

Toledo Correa Marcas e Patentes S/C Ltda.

**toledo corrêa marcas patentes s/c ltda.**

Rua Ferreira Pentead, 709 - 3º andar - Tel. 55 (19) 3232.0244 - Fax 55 - (19) 3231.1815 - Campinas - S.P. - Brasil - CEP 13010-041  
E-mail: toledo@dglnet.com.br



11/12-DEINPI/SP

13 DE 15 003408

Protocolo

PETIÇÃO DE PATENTES (Uso exclusivo do INPI)

Espaço reservado para etiqueta

**PETIÇÃO, RELACIONADA COM PEDIDO, PATENTE OU CERTIFICADO DE ADIÇÃO:**

**Ao Instituto Nacional da Propriedade Industrial:**

**1. Interessado:**

1.1 Nome: RESITEC INDÚSTRIA QUÍMICA LTDA

1.2 CNPJ/CPF (se houver): 30.381.107/0001-98

1.3 Endereço completo: Estrada Dona Tereza cristina, 816 Duque de Caxias RJ BRASIL

1.4 Telefone:

1.5 FAX :

☐ continua em folha anexa

**2. Título da Invenção, do Modelo de Utilidade ou do Certificado de Adição:**

PROCESSO PARA SEPARAR PRODUTOS VALIOSOS INSAPONIFICÁVEIS OBTIDOS DE MATERIAS PRIMAS DIVERSAS

☐ continua em folha anexa

**3. Natureza:**

☒ 3.1 Invenção ☐ 3.1.1 Certificado de Adição ☐ 3.2 Modelo de Utilidade

**4. Referência:**

☒ 4.1 Pedido

☐ 4.2 Patente

4.3 N° PI 0106522-0

4.4 Data: 17/12/2001

**5. Procurador (74):**

5.1 Nome e CPF/CGC: TOLEDO CORRÊA MARCAS E PATENTES S/C LTDA

51.917.698/0001-45

5.2 Endereço completo: R FERREIRA PENTEADO 709 3 ANDAR CAMPINAS SP

5.3 Telefone: 019-232-0244

5.4 FAX: 019-231-1815

Assinale o(s) itens que se aplica(m) ao seu caso:

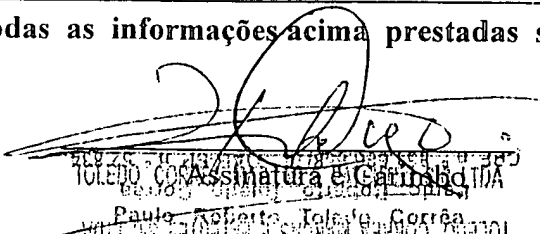
(Deverá ser indicado o nº total de somente uma das vias de cada documento)

	O que se requer/apresenta	folhas
	6.1 Modificações no Relatório Descritivo	
	6.2 Modificações nas Reivindicações	
	6.3 Modificações nos Desenhos	
	6.4 Modificações no Resumo	
	6.5 Caducidade da Patente/Certificado de Adição	
	6.6 Contestação de Caducidade/Nulidade	
<input checked="" type="checkbox"/>	6.7 Cópia oficial do pedido depositado	
	6.8 Cumprimento ou Contestação de Exig. RPI , de	
	6.9 Desarquivamento, arquivado na RPI , de	
	6.10 Documentos de Prioridade	
	6.11 Exame do Pedido com reivindicações	
	6.12 Expedição de Carta Patente / Certificado de Adição	
<input checked="" type="checkbox"/>	6.13 Guia(s) de Recolhimento (uma para cada serviço)	1
	6.14 Manifestação s/ Parecer RPI , de	
	6.15 Nulidade da Patente / Certificado de Adição	
	6.16 Procuração	
	6.17 Publicação Antecipada	
	6.18 Recurso contra o Indeferimento	
	6.19 Recurso. (outros)	
	6.20 Renúncia da Patente	
	6.21 Restauração de pedido / patente	
	6.22 Retirada do Pedido	
	6.23 Subsídios ao Exame Técnico	
	6.24 Oferta de Licença	
	6.25 Outros (especificar):	
	6.26 Total de folhas anexadas	1

7. Declaro, sob penas da Lei, que todas as informações acima prestadas são completas e verdadeiras

CAMPINAS 05/02/2002

Local e Data

  
TOLEDO CORRÊA  
Paulo Roberto Toledo Corrêa